

1º Workshop de Engenharia de superfícies

Rumos da pesquisa acadêmica e oportunidades de aplicações na indústria

Anais

ISBN 978-85-7335-323-5

Curitiba, PR – 21 Fevereiro 2019

Realização: Núcleo de excelência em Engenharia de Superfícies com ênfase em tratamentos Assistidos por Plasma (NESAP) e Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalurgia do Pó (GTFAP&MP) - Universidade Federal do Paraná

Apoio:



Catálogo na Fonte: Sistema de Bibliotecas, UFPR
Biblioteca de Ciência e Tecnologia

W924r Workshop de Engenharia de superfícies (1. : 2019 : Curitiba, PR)

Rumos da pesquisa acadêmica e oportunidades de aplicações na indústria [recurso eletrônico] / Rodrigo Perito Cardoso, coordenação; Silvio Francisco Brunatto, *et al.* - Curitiba: UFPR, 2019.

ISBN: 978-85-7335-323-5

1. Engenharia – congressos. 2. Engenharia mecânica - congressos. I. Universidade Federal do Paraná. II. Cardoso, Rodrigo Perito. III. Brunatto, Silvio Francisco. IV. Pintaúde, Giuseppe. V. Soares Júnior, Paulo César. VI. Souza, Gelson Biscaia de. VII. Título

CDD 621.3

Bibliotecária: Vilma Machado CRB9/1563

Comitê Científico

Rodrigo Perito Cardoso (UFPR) - Coordenador

Silvio Francisco Brunatto (UFPR)

Giuseppe Pintaúde (UTFPR)

Júlio Cesar Klein das Neves (UTFPR)

Paulo César Soares Júnior (PUCPR)

Gelson Biscaia de Souza (UEPG)

Membros do projeto interno UFPR¹

Rodrigo Perito Cardoso (UFPR) - Coordenador

Silvio Francisco Brunatto (UFPR)

Ana Sofia Clímaco Monteiro D'Oliveira (UFPR)

Cláudia Eliana Bruno Marino (UFPR)

Guinther Kellermann (UFPR)

¹ Este Workshop, realizado de forma gratuita e aberta à toda comunidade acadêmica e industrial, foi financiado principalmente pela UFPR com recursos provenientes de projeto aprovado no EDITAL N. 03/2018 - PRPPG/UFPR APOIO À REALIZAÇÃO DE WORKSHOP DE PESQUISA

Programa do evento

Horário	Atividade
9:00 - 9:30	Abertura do Workshop "Engenharia de superfícies: Rumos da pesquisa acadêmica e oportunidades de aplicações na indústria"
9:30 - 10:10	Engenharia de Superfícies: Fronteiras da aplicação de recobrimentos e tratamentos termoquímicos - <i>Prof. Andre Paulo Tschiptschin, USP/SP</i>
10:10 - 10:30	Mesa redonda
10:30 - 11:00	Coffee-break
11:00 - 11:40	Medidas de propriedades nanomecânicas: fundamentos e importância na Engenharia de Superfícies - <i>Prof. Carlos Maurício Lepienski, UTFPR</i>
11:40 - 12:00	Mesa redonda
12:00 - 14:00	Almoço
14:00 - 14:40	Nitretação sob Plasma Pulsado em Reator Industrial Aplicada no Tratamento de Componentes Fabricados em Aços Inoxidáveis - <i>Carlos Eduardo Pinedo, Heat Tech Tecnologia em Tratamento Térmico e Engenharia de Superfície</i>
14:40 - 15:00	Mesa redonda
15:00 - 15:40	LabMat/UFSC: 30 anos de parceria com empresas - Estudo de casos em Engenharia de Superfície - <i>Prof. Aloisio Nelmo Klein, UFSC</i>
15:40 - 16:00	Mesa redonda
16:00 - 16:20	Estudo de caso industrial Utilização de revestimentos de DLC em compressores herméticos para refrigeração. Case: Otimização das propriedades do revestimento x substratos - <i>Marcio Silverio, Embraco</i>
16:20 - 16:30	Mesa redonda
16:30 - 18:30	Coffee-break e seção de Pôster

Sumário

Palestras convidadas

Engenharia de superfícies: recobrimentos e tratamentos termokuímicos de aços inoxidáveis	7
<i>André Paulo Tschiptschin</i>	
Medidas de Propriedades Nanomecânicas: Fundamentos e Importância na Engenharia de Superfícies.	9
<i>Carlos Mauricio Lepienski</i>	
Nitretação sob Plasma Pulsado em Reator Industrial Aplicada no Tratamento de Componentes Fabricados em Aços Inoxidáveis	10
<i>Carlos Eduardo Pinedo</i>	
LabMat/UFSC: 30 anos de parceria com empresas - Estudo de casos em Engenharia de Superfície	12
<i>Aloisio N. Klein</i>	
Utilização de revestimentos de DLC em compressores herméticos para refrigeração. Case: Otimização das propriedades do revestimento x substratos	14
<i>Márcio Silvério</i>	

Pôsteres

Estudo de nova metodologia em ensaios de tribocorrosão para avaliação de materiais passivos	16
<i>Amanda Pires Nogueira de Souza, Ane Cheila Rovani, Paulo César Borges</i>	
Revestimentos de silicetos de nióbio para a melhoria da resistência à oxidação	18
<i>Beatriz A. Pinto, Ana Sofia C. M. de Oliveira</i>	
Estudo do tratamento termokuímico de nitretação em um ambiente de plasma de corrente continua na liga Cu10Al4Fe	20
<i>Carlos Eduardo Alves Feitosa, Felipe Jedyn, Luiz Renato Tibucheski Caetano, Rodrigo Perito Cardoso, Silvio Francisco Brunatto</i>	
Thermal evolution of nitrides and expanded phases for plasma nitrided ferriticaustenitic duplex steel	22
<i>Carlos Mauricio Lepienski, Rodrigo Perito Cardoso, Marcio Mafra, Gelson Biscaia de Souza, Silvio Brunatto, Erico Saito Szameitat, Bruna Corina Emanuely Schibicheski Kurelo, Júlio Cesar Klein das Neves, Guinther Kellermann</i>	

Análise de formação e decomposição da fase γ_N no aço superduplex 2507	24
<i>Dair G. Ditzel, Bruna C. E. S. Kurelo, Carlos M. Lepienski, Francisco C. Serbena, Gelson B. de Souza</i>	
Aluminização em caixa de aço inoxidável austenítico aspergido termicamente	26
<i>Edson D. B. Varela, Ana Sofia C. M. d'Oliveira</i>	
Estudo da resistência à corrosão e do desgaste da camada martensítica de elevado teor de nitrogênio obtida pelo processo SHTPN no aço AISI 409	28
<i>Elisiane M. Berton, Ane C. Rovani, Paulo C. Borges, Giuseppe Pintaúde, Tiago Cousseau, Júlio C. K. das Neves</i>	
Avaliação da resistência cavitação do aço inoxidável AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura	30
<i>Fabiane da Silva Severo, Rodrigo Perito Cardoso, Cristiano José Scheuer, Silvio Francisco Brunatto</i>	
Projeto de pesquisa em tribocorrosão de aço duplex UNS S32750 nitretado por plasma em baixas temperaturas	32
<i>Felipe A. de A. Possoli, Euclides A. Bernardelli, Paulo C. Borges</i>	
Obtenção de padrões auto-organizados por nitretação em paraequilíbrio da Liga Fe-3% Al: Influência da orientação cristalográfica	34
<i>Fernando I. Zanetti, Rafael P. Prestes, Rodrigo P. Cardoso, Silvio F. Brunatto, Gelson B. de Souza</i>	
Nitretação à plasma em pressão atmosférica utilizando reator DC de três eletrodos com mistura gasosa de Ar, N₂ e H₂	36
<i>Guilherme Seiti Kobayashi, Edson Luiz Gawlowski Junior, Rodrigo Perito Cardoso</i>	
Efeito do modo de aquecimento na nitretação por plasma do aço martensítico inoxidável CA-6NM	38
<i>Giovanni C. Silva, Tarciana D. Toscano, Leonardo L. Santos, Igor G. Zanella, Rodrigo P. Cardoso, Silvio F. Brunatto</i>	
Análise tribocorrosiva do aço inoxidável AISI 316LVM nitretado para aplicações biomédicas	40
<i>Guilberth Hobold, Carlos A. H. Laurindo, César A. Neitzke, Gelson B. de Souza, Ricardo Torres, Paulo Soares</i>	
Estabilidade térmica da fase S formada por implantação iônica na superfície do aço AISI 316L	42
<i>Guilherme M. Valadão, Willian R. de Oliveira, Gelson B. de Souza</i>	
Influência da potência de plasma nas características da superfície nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420 recozido	44
<i>Igor Giacomelli Zanella, Silvio Francisco Brunatto, Rodrigo Perito Cardoso</i>	
Nitretação por plasma do aço inoxidável super duplex SAF 2507: influência da temperatura de tratamento	46
<i>João Felipe V. Lima, Sílvia F. Brunatto, Rodrigo P. Cardoso</i>	

Avaliação da nitretação a plasma a baixas temperaturas na rugosidade e resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S32205	48
<i>Jomar J. K. Ribeiro, Yamid E. Nuñez, Oriana Palma, Paulo C. Borges</i>	
Influência do tempo de pulso no tratamento termoquímico de cementação assistida por plasma do aço inoxidável martensítico AISI410	50
<i>Laércio Malfatti, Sílvio F. Brunatto, Rodrigo P. Cardoso</i>	
Caracterização por DRX do aço CA6-NM tratado termicamente e nitretado por plasma a baixa temperatura	52
<i>Leonardo L. Santos, Rodrigo P. Cardoso, Sílvio F. Brunatto</i>	
Aplicação da técnica de espectroscopia por dispersão em comprimento de onda de raios X (WDS) na microanálise de aço duplex nitretado	54
<i>Lucas Tomazi Durand, Lucas de Souza Gonçalves, Carlos Mauricio Lepienski, Marcio Mafra, Julio Cesar Klein das Neves</i>	
Avaliação da nitretação na formação das fases cristalinas e na dureza no aço inoxidável duplex UNS S32205	56
<i>Oriana Palma, Jomar J. K. Ribeiro, Yamid E. Nuñez, Paulo C. Borges</i>	
Alterações estruturais e mecânicas por nitretação e cementação do aço superaustenítico	58
<i>Rafael F. Chuproski, Willian R. de Oliveira, Bruna C.E.S. Kurelo, Francisco C. Serbena, Rodrigo P. Cardoso, Sílvio F. Brunatto e Gelson B. de Souza</i>	
Estudo comparativo da aspersão arco elétrico e de alta velocidade para a deposição de revestimentos resistentes à cavitação	60
<i>Rodolpho F. Váz, André Chicoski, Irene B. A. F. Siqueira, Gustavo B. Sucharski, Ramón S. C. Paredes, Anderson G. M. Pukasiewicz</i>	
Nitretação por plasma no campo da austenita metaestável do aço CA-6NM: Formação de austenita expandida por nitrogênio em substrato martensítico	62
<i>Tarciana D. Toscano, Rodrigo P. Cardoso, Sílvio F. Brunatto</i>	
Determinação da carga crítica em ensaio de riscamento linear da liga Inconel 718 tratada superficialmente assistido por plasma	64
<i>Yukyhiro I. Oikava, Giuseppe Pintaúde, Hanshan Dong, Xiaoying Li</i>	



Engenharia de superfícies: recobrimentos e tratamentos termoquímicos de aços inoxidáveis

André Paulo Tschiptschin^{1,2}

¹ *Universidade de São Paulo, Escola Politécnica, Engenharia Metalúrgica e de Materiais*

² *TRIBES - Núcleo de Apoio à Pesquisa em Tribologia e Engenharia de Superfícies da USP.
CEP: 05508-030 - CEP, São Paulo, SP, Brasil*

1. Introdução

O desempenho tribológico dos aços inoxidáveis tem sido uma barreira para sua ampla aplicação sob condições de desgaste/corrosão. Pesquisas vêm sendo realizadas, visando desenvolver novas tecnologias para melhorar sua resistência ao desgaste, sem perda de características “inoxidáveis”. As propriedades de superfície desses materiais podem ser melhoradas por meio de tratamentos termoquímicos e tratamentos a plasma, visando melhor desempenho em sistemas sob elevadas solicitações tribológicas. Nitretação a gás em alta temperatura (HTGN), nitretação a gás em baixa temperatura (LTGN), nitretação a plasma em baixa temperatura (LTPN), cementação a gás em baixa temperatura (LTPC) e nitrocarburação a plasma em baixa temperatura (LTPNC) são exemplos de tratamentos utilizados com essa finalidade. Recobrimentos CrN, depositados por processos PVD, sobre superfícies nitretadas, possibilitam obter materiais de alto desempenho tribológico. Os tratamentos termoquímicos e a plasma dos aços inoxidáveis têm uma característica comum que é a introdução de quantidades “colossais” de átomos de nitrogênio e carbono em solução sólida, por processos difusionais, o que aumenta continuamente a dureza desses aços. Entretanto, a precipitação de nitretos e/ou carbonetos de cromo deve ser evitada, para preservar a resistência à corrosão. Nesse trabalho são apresentados exemplos e aplicações de tratamentos duplex [1] que combinam nitretação gasosa, nitretação a plasma com formação de fases expandidas [2, 3] e/ou recobrimentos PVD-CrN, com vistas à melhoria do desempenho tribológico de componentes fabricados com aços inoxidáveis [4].

2. Procedimento experimental

A melhoria de propriedades tribológicas é conseguida através da utilização técnicas combinadas de nitretação a gás em alta temperatura, a 1200°C, em atmosfera de N₂ e de nitretação a plasma pulsado em baixa temperatura, a 400°C, em atmosfera de 25%N₂:75%H₂ [3]. Anéis de segmento são nitretados a gás a 520°C, retificados e recobertos com camada espessa de CrN, depositados por processo PVD, de elevada dureza.

3. Resultados e discussão

A nitretação gasosa de aço duplex a 1200°C resulta na formação de camada totalmente austenítica, com 100 µm de espessura, contendo 0,9%N e dureza de 330 HV (Figura 1). Essa camada atua como reforço mecânico e suporte para a deposição de uma camada fina de 2,3 µm de espessura e dureza próxima de 1200 HV, de austenita expandida, formada durante tratamento de nitretação a plasma pulsado a 400°C, (Figura 2). Os resultados de ensaios de desgaste por erosão-cavitação de amostras nitretadas, avaliados em equipamento Telsonic SG 1000 de cavitação vibratória são mostrados na Figura 3. Observa-se o excelente desempenho conferido pelos tratamentos duplex, quando comparadas com tratamentos simples de nitretação a gás ou nitretação a plasma conduzidos isoladamente. A Figura 4 mostra outra aplicação de tratamentos duplex de grande importância na indústria automotiva. Anéis de segmento fabricados em aço inoxidável martensítico de médio C, AISI 440B são nitretados a gás em baixa temperatura (520°C), ~900 a 1000 HV, retificados

* Autor correspondente. E-mail: antschip@usp.br



e recobertos por processo PVD a arco, obtendo-se camada de CrN de elevada espessura (40 μm), de alta resistência ao desgaste e elevada durabilidade [3].

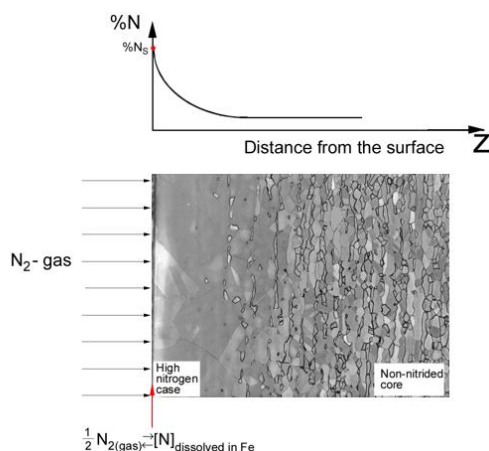


Figura 1. Nitretação gasosa em alta temperatura (HTGN) de aço inoxidável duplex UNS31803.

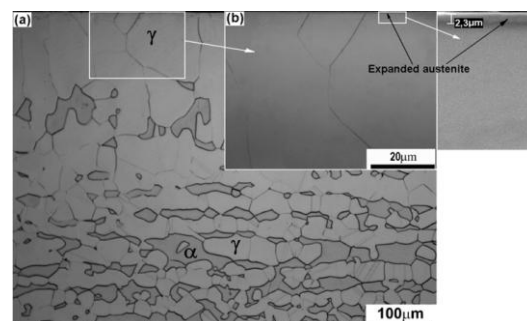


Figura 2. Tratamento duplex - Nitretação gasosa em alta temperatura (HTGN) e a plasma em baixa temperatura (LTPN) de aço inoxidável duplex UNS31803 [2].

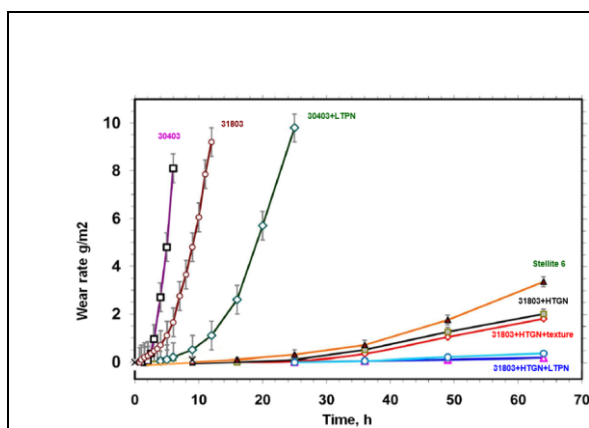


Figura 3. Perda de massa em ensaios de erosão-cavitação, de aços inoxidáveis austenítico UNS S30403 e duplex UNS S31803, submetidos à nitretação gasosa em alta temperatura e a tratamentos duplex (HTGN + LTPN) [2].

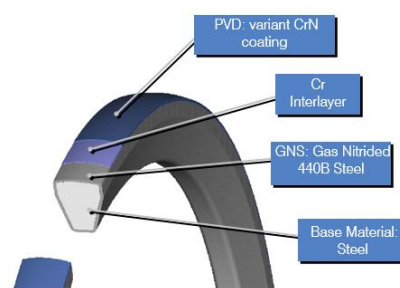


Figura 4. Tratamento duplex - Nitretação gasosa em baixa temperatura (LTGN) seguida de recobrimento espesso (40 μm) PVD de nitreto de cromo CrN, em anéis de segmento de aço martensítico AISI 440B [4].

4. Conclusões

As propriedades tribológicas dos aços inoxidáveis podem ser melhoradas por meio de procedimentos de engenharia de superfícies, combinando diferentes tratamentos termoquímicos e de deposição física de vapor (tratamentos duplex) visando formação de fases metaestáveis expandidas, fases cerâmicas de elevada resistência ao desgaste e associação de propriedades e desempenho não conseguidas através de tratamentos simples de superfície.

5. Referências

- [1] Tschiptschin, A.P. - Duplex Coatings. In: Wang, Q. Jane; Chung, Yip-Wah. (Org.). Encyclopaedia of Tribology. 1ed. Munich: Springer US, 2013, v. 2, p. 794-800.
- [2] Mesa, D.H ; Pinedo, C.E.; Tschiptschin, A. P – Surf. Coat. Techn. 205 (2010) 1552-1556.
- [3] Tschiptschin, A. P.; Varela, L. B. ; Pinedo, C. E. ; Dong, H.; Li, X .. Surface & Coatings Technology, v. 327, p. 83-92, 2017
- [4] Ferrarese, A.; Banfield, R.; Tomanik, E. High value PVD top ring for High Speed Diesel engines". SAE Technical Paper. 2008-01. Detroit, USA. 2008. 07-93 p.

* Autor correspondente. E-mail: antschip@usp.br



**Medidas de Propriedades Nanomecânicas:
Fundamentos e Importância na Engenharia de Superfícies.**

Carlos Mauricio Lepienski

¹ *Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, PR, Brasil*

1. Introdução

A engenharia de superfícies pressupõe alterar a superfície de um material para a obtenção de um comportamento melhor desse material para uma determinada aplicação. Portanto sob o ponto de vista mecânico a alteração da superfície gera uma modificação do comportamento mecânico da região superficial do material alterado. A correta avaliação dessas alterações no comportamento mecânico geralmente tem um impacto significativo na performance do material pois a superfície é a região da interface em contato com outros materiais. Em caso de contato mecânico direto as tensões geradas na superfície são modificadas significativamente com a alteração da superfície pelas técnicas empregadas na engenharia de superfícies. A correta determinação do comportamento mecânico dos materiais após as alterações é de fundamental importância para avaliar o desempenho não só das alterações realizadas, mas também dos efeitos sinérgicos positivos ou deletérios decorrentes do processo empregado para modificar a superfície. Mais que estabelecer um número em uma escala para uma determinada grandeza, as técnicas de avaliação das propriedades mecânicas em nanoescala, utilizando testes de indentação instrumentada, permitem investigar diferentes comportamentos mecânicos nessa escala e relacioná-los as propriedades morfológicas, químicas e estruturais induzidas pelos processos de engenharia utilizados. Apesar de estar intrinsecamente ligada a determinação da dureza, as técnicas de indentação instrumentada em nanoescala permitem uma ampla análise do comportamento mecânico das regiões próximas à superfície.

2. Conclusões

Serão discutidas as principais técnicas de avaliação das propriedades mecânicas utilizando a técnica de indentação instrumentada em escala nanométrica. Nanoindentação, resistência ao risco, testes dependentes do tempo e outros desenvolvimentos recentes serão analisados para aplicação no escopo da Engenharia de Superfícies.

Agradecimentos

Este trabalho tem suporte financeiro do CNPq, Fundação Araucária e UTFPR.



Nitretação sob Plasma Pulsado em Reator Industrial Aplicada no Tratamento de Componentes Fabricados em Aços Inoxidáveis

Carlos Eduardo Pinedo^{1*}

¹ Heat Tech Tecnologia em Tratamento Térmico e Engenharia de Superfície, 08830-000,
Av. João XXIII 1160 Galpão F1, Mogi das Cruzes, SP, Brasil

1. Introdução

Componentes em aço inoxidável são nitretados sob plasma em reator industrial de tecnologia de plasma pulsado e parede quente utilizando parâmetros de processo especialmente definidos para atingir as propriedades exigidas para atingir o máximo endurecimento superficial sem comprometer a resistência à corrosão. A possibilidade de controle da microestrutura da camada nitretada é a vantagem mais importante para a nitretação sob plasma sobre o processo de nitretação convencional líquida ou gasosa [1,2]. Este controle microestrutural é realizado com a seleção correta dos principais parâmetros do processo, tais como a composição da mistura gasosa, temperatura e tempo.

Aços inoxidáveis são usados em uma ampla gama de aplicações como, por exemplo: gás e petróleo, cutelaria, aparelhos médicos e odontológicos, moldagem de plástico, entre outras. Para todas estas aplicações, o aumento na resistência ao desgaste é importante para melhorar o desempenho, mas a melhoria nesta propriedade não deve prejudicar a resistência à corrosão do material. Neste caso, o controle da microestrutura obtida no processo de nitretação é uma questão essencial para aumentar o desempenho. É preciso considerar o alto teor de cromo no aço e sua influência sobre a estabilidade dos nitretos, uma vez que este elemento tem uma influência decisiva sobre a morfologia, cinética de formação da camada e características de endurecimento da camada nitretada [4,5]. A principal vantagem do processo de nitretação sob plasma é a possibilidade de utilizar temperaturas de processo tão baixas quanto 350°C em uma cinética aceitável para processos industriais e com isso minimizar a precipitação de nitretos de cromo. As principais vantagens associadas ao tratamento de baixa temperatura são: (i) menor influência sobre as propriedades de corrosão, (ii) menor efeito sobre a dureza do núcleo, (iii) baixa distorção e (iv) melhor acabamento superficial após o processo.

2. Procedimento experimental

Os tratamentos de nitretação sob plasma em componentes industriais são realizados em reatores industriais com tecnologia de plasma pulsado utilizando parâmetros de processo especialmente definidos para atingir as propriedades necessárias para atingir o máximo endurecimento superficial sem comprometer a resistência à corrosão.

O ciclo de nitretação é composto de etapas que buscam ações específicas na superfície. Resumidamente as etapas de processo são definidas por:

- 1) Aquecimento das peças, sob vácuo, pela parede quente do reator. A parede quente é uma vantagem industrial importante pois permite um aquecimento controlado sem a presença do plasma. Com isso, a integridade de posições geometricamente complexas é preservada e a estabilidade dimensional garantida.
- 2) Limpeza e ativação da superfície, “sputtering”, é a etapa mais importante na nitretação dos aços inoxidáveis. Estes aços possuem camada de óxido passiva que interfere negativamente na nitretação. Esta etapa deve ser capaz de eliminar a camada passiva, ativar a superfície, de forma a permitir a posterior difusão do nitrogênio.

* Autor correspondente. E-mail: pinedo@heattech.com.br



- 3) Nitretação, realizada invariavelmente a baixa temperatura, entre 350 – 420°C, conduzindo ao endurecimento superficial sem formação de nitretos de cromo e, com isso, preservando a resistência à corrosão.
- 4) Resfriamento controlado sob baixa pressão de nitrogênio evitando qualquer oxidação e garantindo a qualidade superficial e dimensional das peças.

3. Resultados e discussão

A prática industrial tem atingido sucesso na nitretação sob plasma em diferentes tipos de componentes industriais como por exemplo os mostrados nas Figuras 1 e 2.

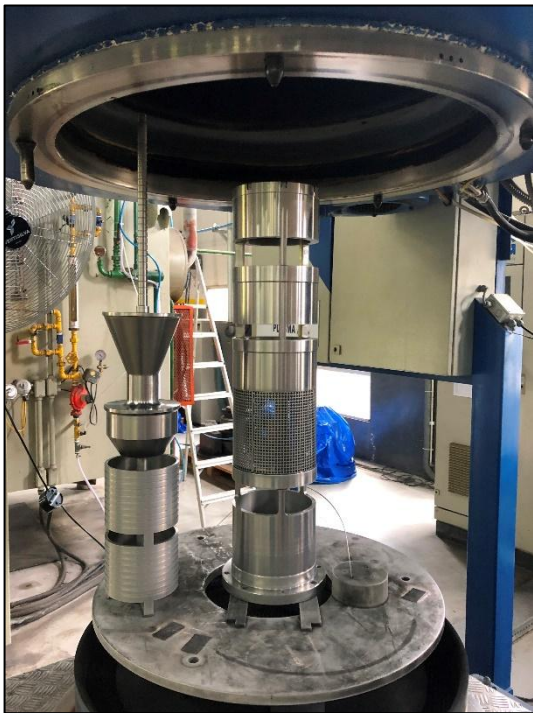


Figura 1. Componente de bomba em aço inoxidável austenítico.



Figura 2. Buchas de injeção de polímeros em aço inoxidável martensítico.

4. Conclusões

A Nitretação sob Plasma Pulsado tem se mostrado eficiente para o tratamento superficial de diversos componentes industriais fabricados em aços inoxidáveis com aumento na resistência ao desgaste e por consequência da vida em serviço.

5. Referências

- [1] Edenhofer B. Physical and metallurgical aspects of ion nitriding. Heat Treatment of Metals. 1974; (1) 23-28.
- [2] Pye D. Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing. Materials Park: ASM International; 2003.
- [3] Yang M. Nitriding: fundamentals, modeling and process optimization [PhD theses]. Worcester: Worcester Polytechnic Institute; 2012.
- [4] Jack DH. Nitriding. In: Heat Treatment'73. London; 1973. p. 39-50.
- [5] Lightfoot J, Jack DH. Kinetics of nitriding with and without compound layer formation. In: Heat Treatment'73. London; 1973. p. 59-65.



LabMat/UFSC: 30 anos de parceria com empresas - Estudo de casos em Engenharia de Superfície

Aloisio N. Klein¹, Cristiano Binder¹, Gisele Hammes¹, Roberto Binder².

¹ Universidade Federal de Santa Catarina, 88.040-900, Florianópolis, SC, Brasil,

² Whirlpool/Unidade Embraco, Joinville, SC, Brasil

1. Introdução

A palestra vai abordar diversas iniciativas de desenvolvimento de soluções de engenharia de superfície, realizadas no LabMat/UFSC, na área de aços sinterizados autolubrificantes de baixo coeficiente de atrito aliado a elevada resistência mecânica. Trata-se de “Aços sinterizados autolubrificantes contendo lubrificante sólido disperso no volume do material, produzidos de duas formas distintas:

- Lubrificante sólido misturado na etapa de mistura dos pós da liga (anterior a compactação);
- Lubrificante sólido gerado *in situ* durante a etapa de sinterização a partir da dissociação de fases precursoras adicionadas a mistura dos pós. Pode-se gerar fases de interesse *in situ* durante a sinterização a partir de misturas de pós, selecionando-se os componentes da mistura com critérios baseados em termodinâmicos [1]

Trata-se de materiais novos com matriz de aço, contendo partículas de lubrificante sólido no seu volume, projetados especificamente para aplicações particulares, onde além de baixo coeficiente de atrito se necessita de boa resistência mecânica e dureza. Assim, o material é um compósito com matriz metálica e partículas de lubrificante sólido dispersas no seu volume (partículas não metálicas insolúveis). O coeficiente de atrito depende do tipo e do percentual volumétrico de lubrificante sólido disperso, e a resistência mecânica depende da composição química da matriz ferrosa e do seu grau de continuidade. As partículas de lubrificante sólido resultam em descontinuidades no volume da matriz que levam a redução da resistência mecânica do componente. Assim, para que o efeito seja mantido em níveis aceitáveis, é necessário que as partículas estejam uniformemente distribuídas e que seu formato seja arredondado (minimizar concentração de tensões na matriz) e o seu percentual volumétrico seja pequeno. Além disso, o tamanho das partículas de lubrificante e o livre caminho médio entre estas também fazem parte do projeto microestrutural do compósito autolubrificante. Controlando estes parâmetros é possível produzir materiais/ componentes desenhados (projetados) para cada aplicação específica na área de lubrificação sólida. As fases de interesse podem ser geradas *in situ* durante a sinterização, por reações entre os componentes da mistura de pós selecionada [1]

2. Procedimento experimental

Foram produzidas amostras de aço sinterizado autolubrificante via moldagem de pós por injeção e via compactação uniaxial em matriz flutuante

Moldagem de pós por injeção

Foram produzidas as seguintes ligas via moldagem de pós por injeção:

- Aços sinterizados do sistema Fe + C + SiC com o teor de SiC de 0 a 5%
- Aços sinterizados do sistema Fe + C + SiC + Ni, com o teor de SiC de 0 a 5%;
- Aços sinterizados do sistema Fe + C + SiC + Ni + Mo, variando o teor de SiC de 0 a 5%;

Os pós utilizados na moldagem de pós foram:

- Pó de Fe carbonila BASF (CL-OM), com 7,8 µm de tamanho médio de partícula;
- Pó de Mo elementar (OMP HC, Starck), com 5,5 µm de tamanho médio



- Pó de Ni elementar (INCO 123, com 8,86 μm de tamanho médio de partícula)
- Pó SiC (carbeto de silício hexagonal) com 10 μm de tamanho médio de partícula

O feedstock para injeção foi preparado pela mistura dos pós desejados (Haake Sigma mixer, 180°C, 70 rpm, 90 min) com 8% em peso de um sistema ligante orgânico formado por Polipropileno (back bone) + parafina parafínica + ácido esteárico (surfactante) + EVA

Compactação uniaxial em matriz flutuante

Foram também produzidas amostras via compactação uniaxial (600 MPa) em matriz flutuante (compactação de duplo efeito). Neste caso foi seguida a rota tradicional da metalurgia do pó (mistura dos pós, compactação e sinterização) e foi utilizado o pó de ferro AHC 100.29 com tamanho de partícula na faixa de 20 a 200 μm . Utilizou os mesmos pós (SiC, Ni, Mo, Grafita) como pós aditivos para obter as ligas desejadas. A sinterização foi realizada em 1100 a 1200 °C, com patamar isotérmico de 1h e atmosfera de sinterização uma mistura $\text{N}_2 + 5\% \text{H}_2$.

3. Resultados e discussão

A Figura 1 mostra *nódulos de grafita* gerados *in situ* durante a sinterização de um aço produzido via moldagem de pós por injeção, com a composição $\text{Fe} + 2\text{SiC} + 4\text{Ni}$, sinterizada 1h em 1200 °C. A figura 2 mostra uma imagem obtida via *FEG-SEM* do interior do nódulo, mostrando que este é formado por pacotes de folhas de grafeno, com espessuras de 10 a 45 nanômetros (da ordem de 40 a 200 planos de átomos). Análises via Espectroscopia Raman mostram que a grafita é do tipo turbostrática [2]. Esta grafita é desordenada e possui um afastamento maior ($3,440 \text{\AA}$) entre os planos basais do que a grafita cristalina ($3,348 \text{\AA}$). Em decorrência disto, possui uma tensão de cisalhamento menor, levando a um menor coeficiente de atrito quando utilizada com lubrificante.

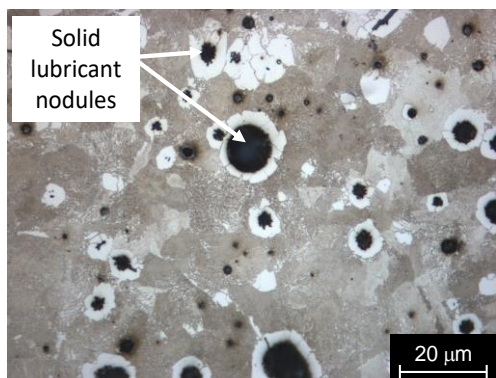


Figura 1. Microestrutura de aço sinterizado mostrando os nódulos de grafita formados *in situ* durante a sinterização pela decomposição de SiC. na Liga $\text{Fe} + 0,6\text{C} + 2\text{SiC} + 4\text{Ni}$ ($T_s = 1200^\circ\text{C}$).

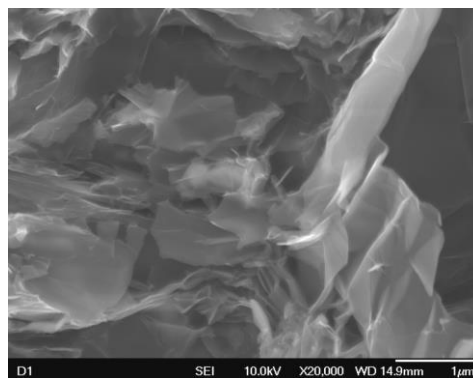


Figura 2. Imagem *FEG-SEM* do interior do nódulo, mostrando que este é formado por pacotes de folhas de grafeno, com espessuras entre 10 e 45 nanômetros

4. Conclusões

No presente estudo foi possível obter, via moldagem de pós por injeção, aços sinterizados autolubrificantes com resistência a tração entre 400 a 900MPa, coeficiente de atrito entre 0,04 e 0,12 e dureza entre 310 e 410 Vickers, dependendo da composição química do aço sinterizado. O melhor conjunto de propriedades foi obtido com o aço $\text{Fe} + 0,6\text{C} + 4\text{Ni} + 1\text{Mo} + 3\text{SiC}$ ($\mu = 0,04$, $\text{HV} = 410$ e Resistência a tração = 800MPa) injetado.

5. Referências

- [1] A. N. Klein, K. P. Furlan, R.M. Schroeder, G. Hammes, C. Binder, J.B. Rodrigues Neto, Sonia M. H. Probst, J.D.B. de Mello. Thermodynamic aspects during the processing of sintered materials. Powder Technology, 271 (2015) 193-203
- [2] Cristiano Binder. Desenvolvimento de novos tipos de aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica aliada a baixo coeficiente de atrito via moldagem de pós por injeção. Tese de doutoramento, PPGMAT/UFSC, 2009



Utilização de revestimentos de DLC em compressores herméticos para refrigeração. Case: Otimização das propriedades do revestimento x substratos.

Márcio Silvério, M.Sc

¹ *EMBRACO INDÚSTRIA DE COMPRESSORES
E SOLUÇÕES EM REFRIGERAÇÃO LTDA. CEP89219-901, Joinville, Santa Catarina, Brazil*

1. Introdução

No mundo atual muito se fala em práticas sustentáveis e os benefícios que elas geram para a comunidade e meio ambiente. Seja por redução de resíduos sólidos, por redução de consumo de combustíveis fósseis ou mesmo pela redução do consumo de energia elétrica utilizando-se energias renováveis. Muitas iniciativas tecnológicas nascem no meio acadêmico e rapidamente se difundem na sociedade e indústria. Entretanto, outras iniciativas esbarram que processos complexos de implantação e de aplicação. Na indústria de refrigeração os desafios são cada vez maiores e complexos. Seja pela restrição de uso de certos fluidos refrigerantes, ou pela crescente demanda da vida moderna em utilizar equipamentos de refrigeração e conservação de alimentos. Um levantamento recente do LabEEE – Laboratório de Eficiência Energética em Edificações da UFSC [1] indicou que o consumo de energia elétrica em refrigeração (refrigeradores, condicionadores de ar e freezers) é responsável por 49% do consumo em uma residência. Desta forma, para a indústria segue a difícil tarefa de desenvolver e criar produtos cada vez mais eficientes energeticamente para minimizar os impactos do crescimento de demanda. Quando se fala em refrigeração especificamente, o principal vilão do consumo de energia elétrica são os compressores herméticos. Para muitas pessoas o compressor passa despercebido quando se fala em equipamentos de refrigeração. No entanto, os desafios para torná-lo um componente eficiente num refrigerador são muitos. Para se obter a melhor eficiência de mancais e componentes móveis cada vez mais a indústria busca por soluções de engenharia para minimizar os efeitos das perdas por atrito e lubrificação. Neste contexto, o uso de revestimentos de baixo atrito e resistência ao desgaste desempenha um papel extremamente importante, onde cada vez mais observamos o uso destes revestimentos em compressores herméticos em diversos mancais e diferentes componentes. O uso de revestimentos de DLC – Diamond like Carbon vem despontando como um ícone dentre os revestimentos de baixo atrito. Seja por sua alta resistência ao desgaste ou por seu baixo atrito, ou mesmo pela combinação dos 2 efeitos que vem de encontro com as altas precisões dimensionais dos componentes dos compressores herméticos. No entanto, o comportamento sistêmico do DLC em diferentes atmosferas de gases refrigerantes indicou dificuldades de adequação do revestimento para a aplicação industrial. O presente estudo mostra o comportamento distinto das propriedades tribológicas do DLC nestes 2 gases refrigerantes e as adequações necessárias para obtenção dos resultados satisfatórios para a aplicação industrial.

2. Procedimento experimental

Neste estudo, serão apresentados resultados de desenvolvimento de usos de DLC em componentes de compressores herméticos considerando suas propriedades físico-químicas e uso de gases refrigerantes HFC 134a e HC600a. O uso destes gases foi escolhido devido a necessidade d mercado de refrigeração em utilizá-los em compressores herméticos. Para identificar o comportamento tribológico foi utilizado um micro tribômetro UMT 01 – CETR e para as caracterizações topográficas foram utilizados microscopia eletrônica de varredura e EDS – Espectroscopia de energia dispersiva para as caracterizações químicas, bem como

* Autor correspondente. E-mail: Marcio.silverio@embraco.com



espectroscopia Raman para análises do DLC e suas respectivas amostras, além de análises de metalografia dos revestimentos e interferometria 3D para caracterização topográfica das superfícies antes e após ensaios.

3. Resultados e discussão

O resultado deste estudo apresentou uma variação de aproximadamente 36 % em coeficiente de atrito menor para o gás R600a e 40 % de durabilidade a mais para o gás R134a. Tais variações podem ser consideradas grandes quando comparadas individualmente, porém em uma avaliação de aplicação em compressores esta diferença é pouco significativa, uma vez que dependendo do componente a ser utilizado os ganhos com perdas por atrito dinâmico são pouco perceptíveis.

No entanto, o estudo serviu de orientação para o desenvolvimento de um compressor hermético completamente sem óleo cuja eficiência energética aumentou cerca de 30% comparado a tecnologias convencionais que utilizam lubrificantes sólidos.

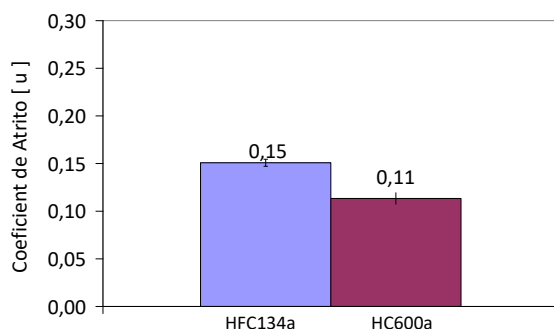


Figura 1. Comparativo de coeficiente de atrito com gases refrigerantes HFC134a e HC600a.

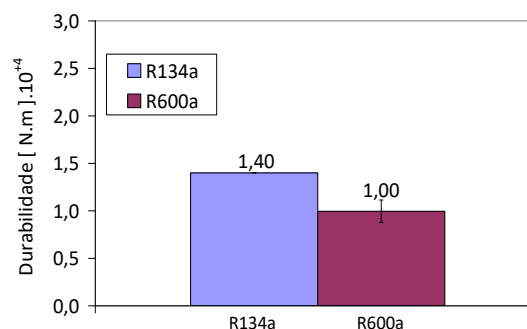


Figura 2. Comparativo de durabilidade ao desgaste com gases refrigerantes HFC134a e HC600a.

4. Conclusões

O estudo de revestimentos de DLC em diferentes atmosferas de gases refrigerantes proporcionou o aumento de conhecimento das propriedades do revestimento em diferentes substratos e aplicações, proporcionando dados técnicos que resultaram no desenvolvimento e criação de uma nova plataforma de compressores herméticos sem óleo lubrificante, ambientalmente correto e de alta eficiência alavancando o patamar tecnológico da Embraco e seus produtos.

5. Referências

- [1] LABEEE – LABORATÓRIO DE EFICIÊNCIA ENERGÉTICA EM EDIFICAÇÕES. UFSC – Universidade Federal de Santa Catarina. Etiquetação Residencial. Disponível em: <http://www.labeee.ufsc.br/projetos/etiquetação/residencial/ences>
- [2] M.Silverio, Comportamento tribológico de revestimento multifuncional CrN-DLC em atmosferas de gases refrigerantes, Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010.
- [3] D.B.Salvaro, M. Silverio, C.Binder, R.O. Giacomelli, A.N. Klein, J. D. B. Mello, Genesis and stability of tribolayers in solid lubrication: case of pair DLC-stainless steel, *Jornal of Materials Research and Technology*, 2016;5(2), 136-143.



ESTUDO DE NOVA METODOLOGIA EM ENSAIOS DE TRIBOCORROSÃO PARA AVALIAÇÃO DE MATERIAIS PASSIVOS

Amanda Pires Nogueira de Souza^{1*}, Ane Cheila Rovani¹, Paulo César Borges¹

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 81280-340, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

O avanço tecnológico da área petroquímica, requer a otimização constante dos materiais de forma a aliar agilidade de operação, compatibilidade com o meio e maior vida útil. Alguns componentes utilizados nesta área sofrem ações conjuntas de desgaste e corrosão simultânea, conhecido como tribocorrosão. A ação simultânea da corrosão e desgaste pode resultar tanto em um efeito sinérgico positivo, com a aceleração da degradação do material, como em um efeito sinérgico negativo, ou seja, redução da degradação [1].

A partir da década de 90, diversos trabalhos com base na norma ASTM G119 foram publicados, porém vários pesquisadores questionam o procedimento devido à ausência de simultaneidade entre ensaios de desgaste e Potencial de circuito aberto (OCP); além de não informar a respeito da natureza destas interações, análise crucial para o entendimento do sinergismo em alguns materiais passivos [2,3]. Isto porque, alguns destes quando expostos a essas condições têm completa ou parcial remoção do filme protetor, gerando corrosão acelerada por desgaste e desgaste acelerado por corrosão. Logo, com o interesse em quantificar e caracterizar a interação/relação simultânea dessas ações, vários autores adaptaram diversos métodos para análises simultâneas [1-4]. Devido ao grande interesse técnico-científico nesta abordagem, surgiu em 2016 uma padronização para estas avaliações, disponível na norma UNE 112086 [4,5].

Dessa forma, o trabalho proposto tem como objetivo proceder esta nova abordagem, desde a construção ideal da célula eletroquímica para a realização de ensaios de tribocorrosão até a metodologia e realização das análises das taxas de perda de material. Além de realizar a comparação da nova abordagem, UNE 112086, com a ASTM G119.

2. Procedimento experimental

De forma a viabilizar os testes, pela norma da UNE 112086, é essencial a adaptação de um potenciostato ao tribômetro. Além da fabricação de uma célula de tribocorrosão e aparatos, contra-corpo e porta esfera, com uso de materiais inertes e não condutores (Figuras 1 e 2), a fim de evitar a interferência nos ensaios eletroquímicos. Com relação aos ensaios, a norma estabelece duas divisões metodológicas: o teste de deslizamento contínuo, que não permite a repassivação do material durante todo o processo tribológico; e o teste de deslizamento intermitente, que possibilita a repassivação do material mediante a seleção de T_{off} (tempo em que o contra-corpo permanece imóvel após realizar meio ciclo). Ambos os testes são detalhados através dos fluxogramas representados pelas Figuras 3 e 4. Para fins comparativos, também serão realizados ensaios de acordo com a ASTM G119. Que consistirá em testes de:

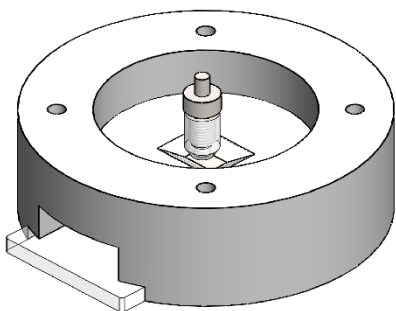


Figura 1. Célula de tribocorrosão desenvolvida pelo Laboratório de corrosão-UTFPR.

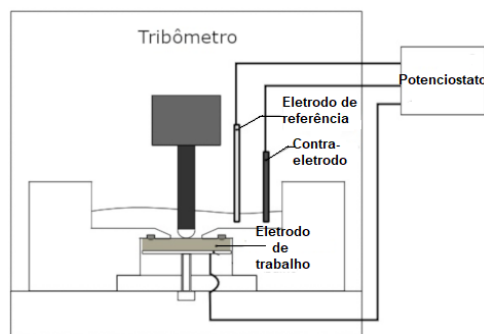


Figura 2. Esquema ilustrativo de montagem.

* Autor correspondente. E-mail: pborges@utfpr.edu.br



WORKSHOP EM ENGENHARIA DE SUPERFÍCIES

Rumos da pesquisa acadêmica e oportunidades de aplicações na indústria



Curitiba, PR – 21 de fevereiro de 2019 – UFPR

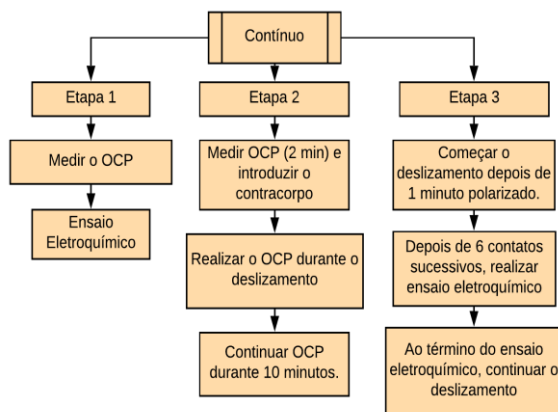


Figura 3. Ensaio contínuo.

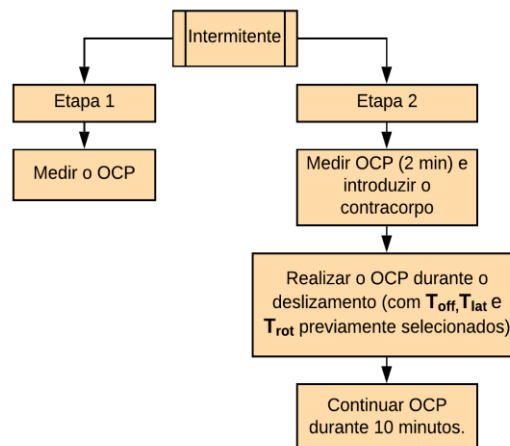


Figura 4. Ensaio intermitente. Onde: T_{lat} (tempo entre dois contatos sucessivos num ponto), T_{rot} (tempo de meio ciclo) e T_{off} (tempo de pausa).

desgaste em atmosfera corrosiva; eletroquímico e desgaste; puramente de desgaste (utilizando polarização catódica) e puramente eletroquímico.

3. Justificativa do Projeto

Nos testes iniciais, a célula desenvolvida mostrou-se apta para análises de tribocorrosão, mantendo-se isenta de vazamentos durante os ensaios de desgaste e tribocorrosão, além de manter o controle de corrosão somente na área exposta ao eletrólito. Os ensaios posteriores, apresentados nas Figuras 3 e 4, terão as seguintes padronizações: o potencial de equilíbrio e o tempo de reação (T_{reac}) serão determinados com base nas medidas de OCP realizadas imediatamente após verter o eletrólito, conforme exposto na etapa 1 da Figura 3. Sendo que o tempo de reação é o tempo necessário para que o potencial atinja um estado de quase estacionário (com variação do potencial $\leq 1\text{mV/minuto}$). A partir deste tempo, serão padronizadas as condições dos ensaios para as duas abordagens, obtendo resultados da camada passiva em ambos os testes. Para as análises das superfícies ensaiadas, será utilizada a técnica de perfilometria para avaliação dimensional da pista de desgaste. Através desta, juntamente com resultados eletroquímicos, serão possíveis os cálculos de volumes perdidos referentes a ação corrosiva, tribológica e tribocorrosiva. A fim de uma maior discussão sobre os resultados obtidos, realizarão testes padronizados pela ASTM G119. Por fim, as análises de MEV serão realizadas para avaliar os mecanismos de tribocorrosão.

4. Conclusões

A partir do planejamento experimental, é possível concluir que: Através da construção da célula juntamente com a metodologia proposta, será possível realizar comparações entre as duas abordagens (ASTM G119 e UNE 112086). Além de poder averiguar qual será a mais eficiente para prever o comportamento da camada passiva de acordo com a solicitação mecânica. Apresentando assim, maior confiabilidade de prever falhas em materiais passivos.

5. Referências

- [1] L. Shan et al., Wear 362 (2016): 97-104.
- [2] J. Arana, International Journal of Corrosion. 2018 (2018).
- [3] N. Diomidis et al., Wear. 269 (2010) 93–103.
- [4] ASTM G119, Guide for determining Synerdism Between Wear and corrosion. (2016).
- [5] UNE 1120086:2016, Ensaios de tribocorrosão em materiais passivos. (2016)

Agradecimentos

A Cnpq, ao professor Drº Maurício Lepienski e ao Lasc.

* Autor correspondente. E-mail: pborges@utfpr.edu.br



Revestimentos de silicetos de nióbio para a melhoria da resistência à oxidação

Beatriz A. Pinto^{1*}, Ana Sofia C. M. de Oliveira²

^{1,2} Universidade Federal do Paraná, 81531-980, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

O desenvolvimento tecnológico de áreas como a aeronáutica e aeroespacial depende de um aumento na temperatura de operação e para isso requer materiais capazes de operar em altas temperaturas. Para que haja uma melhoria no desempenho e aumento da vida útil de um componente, os materiais utilizados devem oferecer um conjunto de propriedades estruturais e de superfície, como resistência à fluência e resistência à oxidação, respectivamente [1].

O nióbio (Nb) e ligas de nióbio são materiais promissores para aplicações nestas áreas por apresentar um alto ponto de fusão, uma densidade similar à de superligas de níquel e de alguns aços, e boas propriedades mecânicas em altas temperaturas. Entretanto, o nióbio sofre oxidação a temperaturas baixas, por volta de 500 °C, o que limita suas aplicações. Como forma de conter a oxidação do Nb e ligas de Nb a altas temperaturas, podem ser aplicados revestimentos de silicetos [2] e [3].

Os revestimentos de silicetos são processados por difusão e formam uma camada de intermetálicos que atuam como uma reserva de Silício (Si). O caráter protetor desses revestimentos origina-se da natureza protetora do filme de SiO₂ formado nos silicetos a temperaturas elevadas, a partir de 900 °C [4]. Uma das técnicas mais utilizadas para se obter revestimentos protetores por difusão é o processo de *pack cementation* [3].

Neste contexto de estudo de procedimento, o presente trabalho investiga a difusão de Si em placas de Nb metálico, avaliando a formação das camadas de Si e o comportamento dos revestimentos em alta temperatura.

2. Procedimento experimental

O substrato utilizado neste trabalho é nióbio metálico (99,8 % de pureza) com dimensões 10 mm x 10 mm x 2 mm. Todas as superfícies foram submetidas a lixamento antes do processamento para padronização das mesmas.

A pack mistura com a composição: 15 % de Si (elemento a ser difundido), 5 % de NH₄F (haletto ativador) e 80 % de Al₂O₃ (material inerte que mantém a temperatura do conjunto durante o tratamento) foi preparada e colocada em um cadinho de alumina. Os substratos de nióbio foram imersos na pack mistura e o cadinho de alumina vedado com argamassa cerâmica. Para minimização de contaminações por oxigênio o cadinho vedado foi colocado em uma caixa de ferro níquel (FeNi) também preenchida com a pack mistura e selada com a argamassa cerâmica. A caixa de FeNi, foi utilizada como medida extra para evitar o contato das amostras de Nb com o oxigênio caso a argamassa da vedação do cadinho não garantisse a estanqueidade adequada.

O processamento de 6 h foi realizado nas temperaturas de 1000 °C, 1150 °C e 1300 °C em um forno com atmosfera circulante de argônio.

Para a caracterização das fases dos revestimentos foram realizadas análises por difração de raio X, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por energia dispersiva.

3. Resultados e discussão

A análise de difração de raio X confirmou a formação do siliceto NbSi₂ na superfície dos revestimentos em todas as condições de processamento (Figura 1).

O perfil de composição química na Figura 2 referencia a seção transversal do revestimento processado a 1300 °C, o qual identifica a difusão de Si na superfície do Nb metálico, apresentando

* Autor correspondente. E-mail: beatriz.aparecida@ufpr.br



um perfil com dois patamares contendo diferentes teores de Si. Esta análise sugere a formação de camada dupla de siliceto.

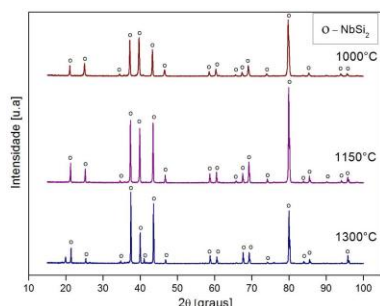


Figura 1. Difração de raio X do revestimento obtido na temperatura de 1300 °C.

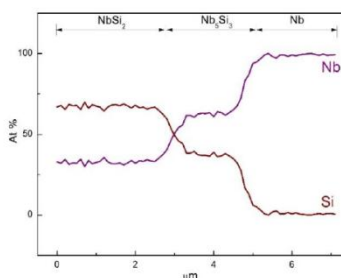
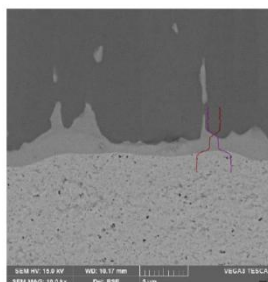


Figura 2. Microscopia e perfil de composição química semiquantitativa da amostra processada a 1300 °C.

A análise dos revestimentos através de microscopia eletrônica de varredura (Figura 3) confirma o desenvolvimento de uma dupla camada (intermetálica) conforme há o aumento da temperatura do processo. Esta camada entre o substrato de Nb e a camada de NbSi₂ é apresentada na literatura como Nb₅Si₃ [3] e é consistente com dados do perfil de composição.

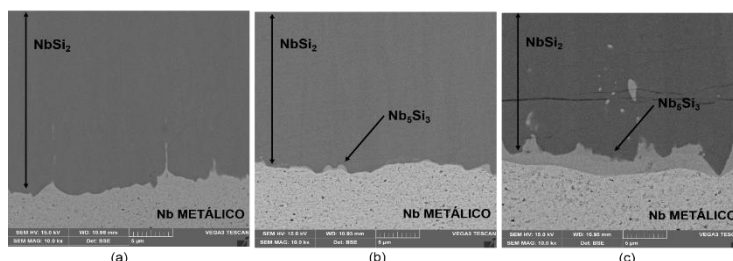


Figura 3. Análise do revestimento por microscopia eletrônica de varredura (a) 1000 °C, (b) 1150 °C e (c) 1300 °C.

4. Conclusões

Para as condições de processamento utilizadas neste trabalho é possível concluir que:

A formação de NbSi₂ ocorre sobre a superfícies de todos os revestimentos.

O aumento da temperatura de processamento até 1300 °C induz a formação de duas camadas de siliceto, contrastando com a formação de camada única de siliceto (NbSi₂) após processamento a 1000 °C.

Os revestimentos obtidos a 1150 °C e 1300 °C são formados por duas camadas: a primeira com uma baixa porcentagem de Nb (NbSi₂) e a segunda, formada sobre o substrato, com uma alta porcentagem de Nb (Nb₅Si₃).

5. Referências

- [1] V. M. Voyevodin, V.I. Zmii, S.G. Rudenkyi. Powder and Metal Ceramics. 56 (2017) 198-209.
- [2] J. K. Yoon et al. Intermetallics. 13 (2005) 1146-1156.
- [3] B. Vishwanadh et al. Metallurgical and Materials Transactions A. 44 (2013) 2258-2269.
- [4] D. M. Miller. Oxidation of Metals. 29 (1988) 239-254.

Agradecimentos

À Capes, ao CNPq e ao Programa de pós graduação em Engenharia Mecânica da UFPR.



Estudo do tratamento termoquímico de nitretação em um ambiente de plasma de corrente contínua na liga Cu10Al4Fe

Carlos Eduardo Alves Feitosa^{1}, Felipe Jedy¹, Luiz Renato Tibucheski Caetano¹, Rodrigo Perito Cardoso¹, Silvio Francisco Brunatto¹*

¹ Universidade Federal do Paraná - UFPR, 81.530-000, Curitiba, PR, Brasil

1. Introdução

Bronzes de alumínio são ligas que possuem propriedades mecânicas interessantes do ponto de vista de engenharia. Nessa composição, 10%Al, 3%Fe e Cu em balanço, existe um grande campo monofásico β em elevadas temperaturas e três fases distintas na temperatura ambiente. São elas as fases α , γ_2 e k . De acordo com alguns autores [1,2], essa última fase (k) é responsável pelo endurecimento da liga quando feito o tratamento térmico de envelhecimento. Muitas ligas de cobre e alumínio, com porções menores de outros elementos, tais como Fe e Ni, são usados em ambientes cujo ataque por cavitação é inevitável. Uma técnica que tem se mostrado promissora em melhorar a resistência a cavitação de ligas metálicas é o endurecimento superficial por meio de tratamentos de cementação, nitretação e carbonitretação. Portanto, no presente trabalho investiga-se a possibilidade de endurecimento superficial de bronze de alumínio com nitretação em um ambiente de plasma de corrente contínua.

2. Procedimento experimental

Amostras de bronze de alumínio de composição Cu-10,5% Al-3,9% Fe foram cortadas a partir de uma barra cilíndrica de 25,4 mm diâmetro. Tais amostras, após terem sido levadas à temperatura de solubilização de 950°C pelo tempo de 1 hora, foram resfriadas em água (tratamento térmico de solubilização). Posteriormente à preparação que consistiu em polimento e limpeza, uma dessas amostras foi submetida ao tratamento termoquímico de nitretação em reator de plasma de corrente contínua a 200°C por 4 horas. Este último tratamento teve como parâmetros o uso de uma mistura gasosa de 70% N_2 + 20% H_2 + 10% Ar e pressão de 3 Torr. Para verificar se de fato ocorreu endurecimento superficial, duas amostras (uma submetida ao tratamento térmico prévio de solubilização e outra submetida ao tratamento termoquímico de nitretação) foram caracterizadas por difratometria de raios-X (DRX) e determinação de microdureza Knoop com carga de 10 gf, de modo que os resultados pudessem ser comparados.

3. Resultados e discussão

Na Figura 1, podem ser observados os difratogramas correspondentes às amostras solubilizada e submetida ao tratamento termoquímico de nitretação. Exceto pela intensidade dos picos, não existe diferença significativa entre os difratogramas apresentados. Duas alternativas devem ser levadas em consideração: i) a ausência de qualquer pico diferente no resultado referente ao material nitretado pode indicar que nenhuma nova fase tenha sido formada, ou seja, que não foi criada uma camada nitretada pela não adição de átomos de nitrogênio na superfície da liga; e, por outro lado, ii) a camada formada pode ser de uma espessura pequena a ponto de impedir a detecção de quaisquer fases diferentes pelo ensaio de DRX, uma vez que a penetração dos raios-X na superfície da amostra pode ser considerável.

Sendo assim, testes de microdureza Knoop com carga de 10 gf foram realizados com o objetivo de se medir a dureza superficial dos materiais estudados. As microindentações resultantes foram medidas com auxílio de microscópio ótico. Os respectivos resultados obtidos

*e-mail: carlos.feitosa@ufpr.br



apresentando valores médios de dureza de 357 e 292 HK_{0.010}, revelaram que a dureza superficial da amostra submetida ao tratamento assistido por plasma foi 22% maior do que aquele obtido na amostra solubilizada, o que indica que alguma modificação microestrutural ocorreu na superfície do material.

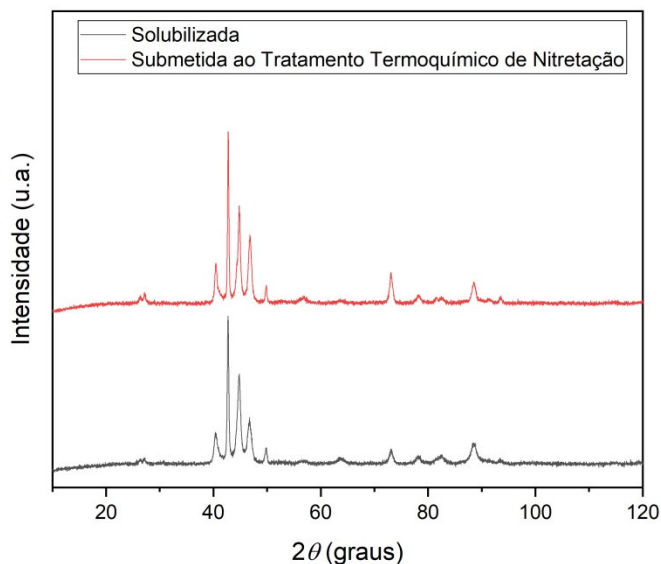


Figura 1: difratogramas referentes às duas amostras estudadas.

4. Conclusões

Embora promissores, os resultados obtidos nessa pesquisa ainda carecem de outros ensaios que confirmem a existência de uma camada nitretada na superfície. É verdade que a dureza superficial após o tratamento de nitretação aumentou quando comparado com aquela da amostra solubilizada, entretanto a origem desse endurecimento precisa ser verificada, uma vez que este pode ser devido simplesmente ao envelhecimento do substrato, sendo que eventual formação de óxidos não pode ser totalmente descartada. Além disso, outros tratamentos termoquímicos devem ser conduzidos a fim de investigar os efeitos dos parâmetros de tratamento (tempo, temperatura, mistura gasosa e pressão).

5. Referências

- [1] MATIJEVIĆ, B.; SUSHMA, T. S. K.; PRATHVI, B. K. Effect of heat treatment parameters on the mechanical properties and microstructure of aluminium bronze. *Technical Journal*, v. 11, n. 3, p. 107–110, 2017.
- [2] SLÁMA, P.; DLOUHÝ, J.; KOVÉR, M. Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Aluminium Bronzes. *Journal of Materials and Technology*, p. 599–604, 2014.

6. Agradecimentos

Agradecemos primeiramente aos nossos Professores e a todos os laboratórios e respectivos responsáveis que de alguma forma ou outra contribuíram para a realização desta pesquisa. Agradecemos também a Coordenação de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro.



Thermal evolution of nitrides and expanded phases for plasma nitrided ferritic-austenitic duplex steel

Carlos Mauricio Lepienski^{1}, Rodrigo Perito Cardoso², Marcio Mafra¹, Gelson Biscaia de Souza³, Silvio Brunatto², Erico Saito Szameitat², Bruna Corina Emanuely Schibicheski Kurelo³, Júlio Cesar Klein das Neves¹, Guinther Kellermann²*

¹ Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Curitiba – PR-Brazil

² Universidade Federal do Paraná - Curitiba – PR-Brazil

³ Universidade Estadual de Ponta Grossa - Ponta Grossa – PR-Brazil

1. Introduction

Duplex stainless steel 2507 (EN 1.4410, UNS S32750, ISO 4410-327-50-E) is a ferritic-austenitic alloy with approximately 50% of ferrite and 50% of austenite phase. Three different plasma nitriding were employed to obtain a nitrided layer in the steel surface. Pulsed DC glow discharge with and without external resistive heating and a plasma immersion ion implantation were employed to obtain nitrided samples. The working temperatures vary from 300 °C to 400 °C to avoid the formation of CrN that increase the corrosion processes. Nitriding processes were performed in times from 2 to 8 hours. X-ray analysis were obtained from a synchrotron radiation in the 7 KeV energy. The evolution of nitrided phases were measured during heating and during isothermal treatment at 470 h until 3h at this high temperature.

2. Experimental Procedure

Duplex stainless steel 2507 a ferritic-austenitic alloy with approximately 50% of ferrite and 50% of austenite phases was nitrided by three different processes in temperatures from 300°C to 400°C. The three nitriding process employed were plasma immersion ion implantation (PI3), glow discharge by pulsed voltage and glow discharge by pulsed voltage with additional heating by resistive process. Atmospheres consist of N₂+H₂+Ar for glow discharge nitriding and N₂+H₂ for PI3. The steel under investigation in this work was a ferritic-austenitic duplex stainless steel. X-ray diffraction experiments were performed at the XRD2 beam line of the Brazilian Synchrotron Laboratory (LNLS/CNPEM). The 8 keV photons energy was selected by using a Si(111) double crystal X-ray monochromator provided with a bendable second crystal for sagittal focusing of the X-ray beam at the sample position. An ionization chamber was used to measure the relative intensity of the primary beam so allowing us to normalize the X-ray diffraction intensity to account for the continuous decrease in synchrotron radiation intensity. A 6+2 circle diffractometer from Huber was used for sample alignment and positioning of a Mythen 1k strip X-ray detector from Dectris (spatial resolution 50 µm, sensitive range 64 mm) applied to measure the diffracted intensity. Samples were measured in situ using a specially designed high temperature cell operating in the temperature range from room temperature up to 600 °C in He flow. A type K thermocouple directly in contact with the sample was used to measure the temperature during X-ray diffraction experiments.

* Autor correspondente. E-mail: cmlepienski@utfpr.edu.br



3. Results and Discussion

The analysis of phases formed by the three different plasma nitriding processes were separated in room temperature measurements and thermal evolution during treatments until temperatures of 470 °C.

Diffractograms for duplex steel samples treated by plasma nitriding at 350°C by 8h using the GD process are shown in Fig 1.

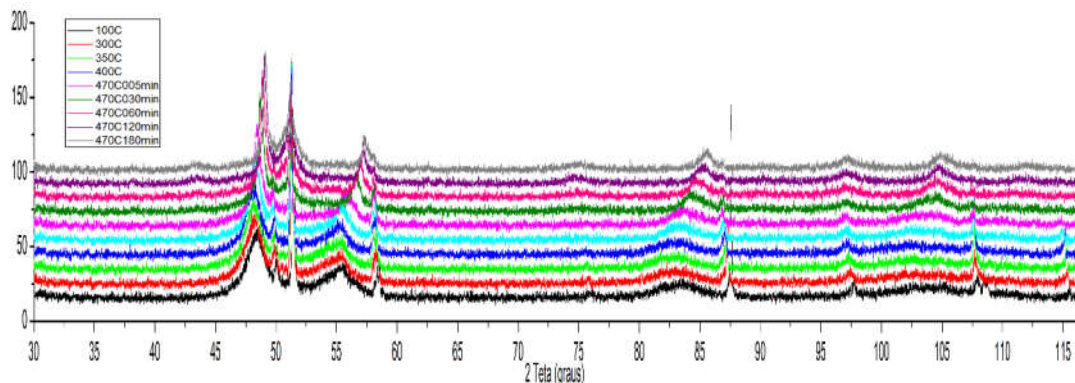


Figure 1 Typical evolution of X-ray diffractograms of a AISI 2507 duplex steel nitrided by glow discharge at 350°C during 8h.

4. Conclusions

The X-Ray analysis shows the evolution of expanded austenite and nitride phases formed by nitrided by three different process. The formation of two expanded austenite phases and their evolution under heating, that depending on nitriding process, and need a careful interpretation to be understood.

Acknowledgments

We thanks for CNPq/Fundação Araucaria for financial support and LNLS for support this project.



Análise de formação e decomposição da fase γ_N no aço superduplex 2507

Dair G. Ditzel^{1,*}, Bruna C. E. S. Kurelo¹, Carlos M. Lepienski²,
Francisco C. Serbena¹, Gelson B. de Souza¹

¹Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, Paraná, Brasil.

²Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.

1. Introdução

Empregou-se a técnica de Implantação Iônica em Imersão em Plasma (PIII) no tratamento do aço inoxidável superduplex (AISD) 2507 de classificação UNS S32750. O efeito de implantação na técnica PIII permite a produção de camadas modificadas, contendo regiões ricas de nitrogênio nas proximidades da superfície; as fases formadas γ_N (austenita expandida por nitrogênio em solução sólida), α_N (ferrita expandida por nitrogênio em solução sólida), γ' -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N apresentam desempenho tribo-mecânico e de resistência à corrosão superiores ao material sem tratamento [1]. No entanto, as fases γ_N e α_N são metaestáveis e a fase ϵ decai para a fase γ' quando aquecida em altas temperaturas [2,3]. O AISD 2507 é empregado em dutos de extração de petróleo e gás na camada pré sal onde as temperaturas de trabalho atingem ~150 °C [4]. Assim, para a verificação da aplicabilidade da técnica PIII neste material, foram necessárias análises de evolução térmica nas camadas modificadas para estudo da estabilidade térmica das fases presentes. Realizou-se tratamentos térmicos com análises de difração de raios X *in situ* utilizando radiação de luz síncrotron, que permite análises rápidas e de alta intensidade, facilitando a compreensão dos efeitos térmicos estruturais nas camadas modificadas produzidas por PIII.

2. Procedimento experimental

As amostras de AISD 2507 foram cortadas nas dimensões 25 X 25 X 3 mm, polidas com lixas e pastas de diamante, e limpas em ultrassom. Após essa etapa, foram realizadas as nitretações por PIII, onde os seguintes parâmetros foram mantidos fixos: duração de 4 h, atmosfera de 60% N₂ e 40% H₂, pressão de 3 Pa, tensão de 10 kV e largura de pulsos de 30 μ s. Por meio da variação da frequência na faixa entre 0,7 kHz e 1 kHz, obteve-se as temperaturas de 300 °C, 350 °C e 400°C. A caracterização estrutural foi realizada na linha de luz XRD1 do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, com a energia dos raios X fixada em $E = 7$ keV ($\lambda = 0,177321$ nm) para evitar a fluorescência do ferro. Nesta linha, há um forno acoplado ao difratômetro onde as amostras foram analisadas *in situ* na faixa angular de $30^\circ \leq 2\theta \leq 120^\circ$ com ângulo de incidência rasante $\theta = 5^\circ$. O tratamento térmico consistiu de rampa de aquecimento até 470 °C onde a amostra foi mantida em condição isotérmica por 4 h, em atmosfera de He. Nesta condição, os difratogramas foram obtidos em intervalos de ~6 min.

3. Resultados e discussão

Na figura 1 apresenta-se os difratogramas de raios X das amostras nitretadas e da amostra sem tratamento. Observa-se que nas diferentes temperaturas de tratamento houve a formação das fases γ_N , α_N , γ' -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N, em acordo com a literatura [1].

As fases γ_N e α_N se caracterizam como picos largos localizados à esquerda dos picos principais de austenita γ e ferrita α . Esse fenômeno ocorre devido à presença de nitrogênio em solução sólida, acima do limite de solubilidade em equilíbrio termodinâmico das fases γ e α , que gera tensões e deformações anisotrópicas nas estruturas cristalinas [5]. Na fase α_N , a expansão de rede observada é geralmente menor que 3,5% enquanto na fase γ_N a expansão pode atingir 10% [6]. Assim, os picos da fase γ_N são mais largos que os observados para a fase α_N . Na condição de 400 °C observa-se que a contribuição dos picos das fases γ_N e α_N diminui nos difratogramas e ocorre a formação mais significativa dos nitretos γ' -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N, possivelmente devido ao aumento da fluência iônica.

* Autor correspondente. E-mail: gabrielditzel@hotmail.com

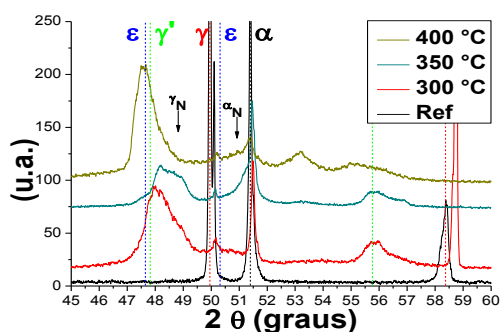


Figura 1. Difratoigramas de raios X das amostras de referência e nitretadas por PIII em diferentes temperaturas.

Nota: γ = austenita, α = ferrita, γ_N = austenita expandida, α_N = ferrita expandida, γ' -Fe₄N e ϵ -Fe_{2,3}N.

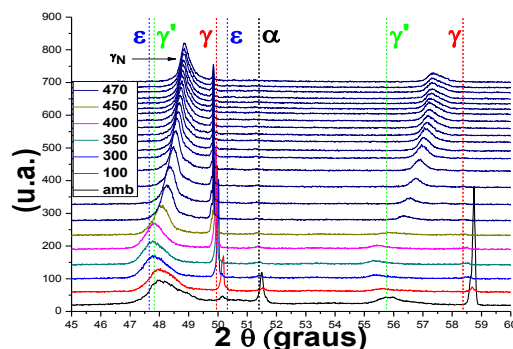


Figura 2. Difratoigramas de raios X obtidos em modo rasante ($\theta = 5^\circ$) para a amostra de aço inoxidável nitretada por PIII a 300 °C em temperatura ambiente e durante as etapas de aquecimento – rampa de T amb. até T 470 °C e aquecimento isotérmico a T = 470 °C.

A Figura 2 apresenta os difratogramas de raios X obtidos durante o tratamento térmico da amostra 300 °C. Durante a rampa de aquecimento até 470 °C, verifica-se o deslocamento de $\sim 0,3^\circ$ dos picos para ângulos 2θ menores devido à dilatação do aço duplex. A partir da temperatura de 450 °C, observa-se redução na largura dos picos relativos à fase γ_N indicando que houve difusão de nitrogênio nesta etapa. Durante o aquecimento isotérmico, ocorre o deslocamento gradativo do pico situado em $\sim 48,3^\circ$, que corresponde predominantemente à fase γ_N , para ângulos maiores ($\sim 48,9^\circ$), indicando redução na distância interplanar devido à difusão de nitrogênio das camadas superficiais para regiões mais profundas. Para esta condição de nitretação, não houve evidências de formação de nitretos durante o tratamento térmico. As amostras nitretadas a 350 °C e 400 °C, durante o tratamento térmico, também apresentaram dilatação térmica e difusão de nitrogênio; porém nestas condições, os picos de nitretos tiveram uma contribuição maior nos difratogramas, sobrepondo-se aos picos da fase γ_N e fixando o pico em $\sim 47,5^\circ$.

4. Conclusões

A nitretação por PIII nas temperaturas 300 °C, 350 °C e 400 °C produz as fases γ_N e α_N , bem como nitretos, no aço inoxidável duplex com doses diferentes de nitrogênio. A fase γ_N predomina na temperatura de 300 °C enquanto os nitretos de ferro ϵ e γ' têm maior contribuição na temperatura de 400 °C. Durante o aquecimento, independentemente da temperatura de nitretação, o processo predominante foi a difusão térmica de nitrogênio da fase expandida para a matriz que é evidenciada pela diminuição de intensidade relativa e da distância interplanar.

5. Referências

- [1] W.R. de Oliveira, B.C.E.S. Kurelo, D.G. Ditzel, F.C. Serbena, C.E. Foerster, G. B. de Souza. App. Surf. Sci. 434 (2018) 1161–1174
- [2] J. Bielawski, J. Baranowska, Surf. Eng. 26 (2010). 299-304.
- [3] G. Maistro, S. A. Pérez-García, M. Norell, L. Nyborg & Y. Cao, Surf. Eng. 33 (2017) 1-8.
- [4] J. J. M. Oliveira, J. R. B. Z. Filho, Monografia. Curso de Especialização em Engenharia de Petróleo e Gás Natural Faculdade do Centro Leste. Serra. 104 f., 2016.
- [5] D. Manova, S. Mändl, H. Neumann, B. Rauschenbach, Surf. Coatings Technol. 312 (2017) 81–90.
- [6] H. Bhuyan, S. Mändl, B. Bora, M. Favre, E. Wyndham, J.R. Maze, M. Walczak, D. Manova, Appl. Surf. Sci. 316 (2014) 72–77.

Agradecimentos

À CAPES pela concessão de bolsa de mestrado, a Fundação Araucária (Projeto NESAP) e ao LNLS.



Aluminização em caixa de aço inoxidável austenítico aspergido termicamente

Edson D. B. Varela^{1*}, Ana Sofia C. M. d'Oliveira²

^{1,2} Universidade Federal do Paraná, 81530-000, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

A aluminização é aplicada quando a resistência à oxidação ou à carburização for uma questão importante que possa comprometer o desempenho de peças e equipamentos. Neste processo Al é difundido na superfície do metal, para reagir e formar camadas contínuas de aluminetos. Essas camadas atuam como reservatório de Al para a formação de um filme protetor de óxido de alumínio [1].

Tanto no processamento quanto no desempenho, muitos estudos abordam as características da superfície tratada. No entanto, sempre que um novo material que está sendo projetado possa interferir nos mecanismos de difusão, novos dados são necessários para melhor entender e otimizar o uso do componente protegido. Neste contexto, superfícies aspergidas tem sido aluminizadas [2]. Esta pesquisa contribui para esta discussão, uma vez que investiga o impacto das características de revestimentos de aspersão térmica dos aços AISI 309 e 316 em superfícies aluminizadas.

2. Procedimento experimental

O aço inoxidável austenítico AISI316, fornecido na forma em pó, foi utilizado para depositar revestimentos aspergidos pelos processos chama oxiacetilênica (FS) e chama de oxigênio de alta velocidade (HVOF). O aço inoxidável austenítico AISI309, fornecido na forma arame, foi utilizado para depositar o revestimento aspergido pelo processo a arco elétrico (WAS). Todos os revestimentos aspergidos foram depositados sob chapas de AISI316 de 3mm de espessura. Amostras dos materiais aspergidos foram cortadas nas dimensões 8x8x3mm, lixadas com acabamento #1200 e limpas em álcool absoluto em ultrassom.

Para a aluminização em caixa foi preparada uma *pack* mistura com 10% Al, 3% NH₄Cl e 87% Al₂O₃. As amostras aspergidas foram colocadas dentro de cadinhos preenchidos com a *pack* mistura. Os cadinhos foram tampados, selados com cerâmica refratária e mantidos em estufa a 100°C por 2h para cura da cerâmica. O procedimento da aluminização em caixa foi realizado em forno tubular, com atmosfera inerte de argônio, a 850°C e por 1, 2, 4 e 6h.

Os revestimentos aspergidos como depositados e aluminizados foram caracterizados através de microscopia eletrônica de varredura e de difração de raio-X. Os resultados foram correlacionados com chapas forjadas de AISI316 aluminizadas nas mesmas condições.

3. Resultados e discussão

Através da microscopia eletrônica de varredura é possível analisar o teor de porosidade e de óxidos presente nos revestimentos aspergidos, que variam de 0,6 a 11% e 6 a 40%, respectivamente.

O estudo da cinética da aluminização mostra que nas estruturas aspergidas com maior teor de porosidade o Al difunde preferencialmente pelos contornos das lamelas resultando em camadas de intermetálicos menos espessas. Isto é possível de se identificar na Fig. 1, onde no revestimento FS, que possui maior teor de porosidade (7%), a camada de aluminetos é menos espessa quando comparada com o revestimento HVOF (1% de porosidade) e com a chapa forjada. Destaca-se a difusão preferencial do Al pelos contornos das lamelas na estrutura FS, observando que a camada de aluminetos coroa a lamela.

* Autor correspondente. E-mail: edsonvarela@ufpr.br

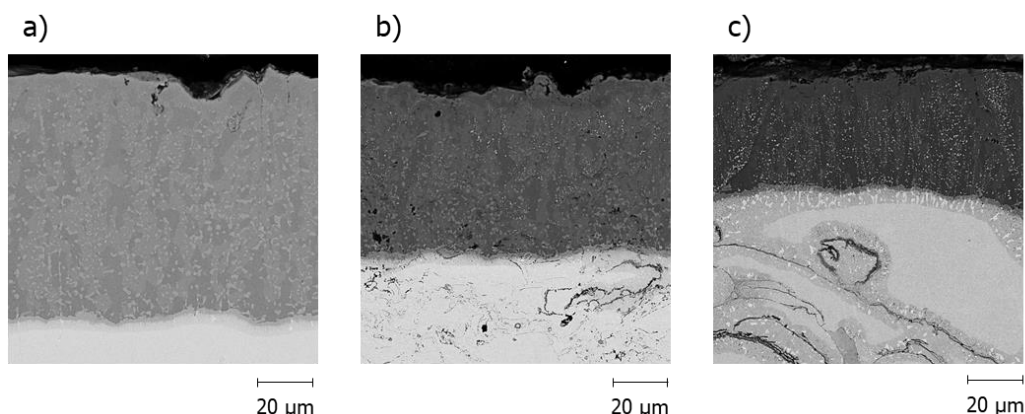


Figura 1. Camadas aluminizadas a 850°C e 6h, a) chapa forjada AISI316, b) HVOF, c) FS

Além disso, nos revestimentos aspergidos que induzem uma oxidação mais severa o Al difunde preferencialmente através do óxido de cromo. Isto é identificado na Fig. 2, onde o revestimento a arco elétrico, com teor de porosidade de 40%, é aluminizado a 850°C e 1h para se identificar o caminho inicial de difusão do Al. O mapa de composição mostra a difusão de Al através do óxido do revestimento aspergido.

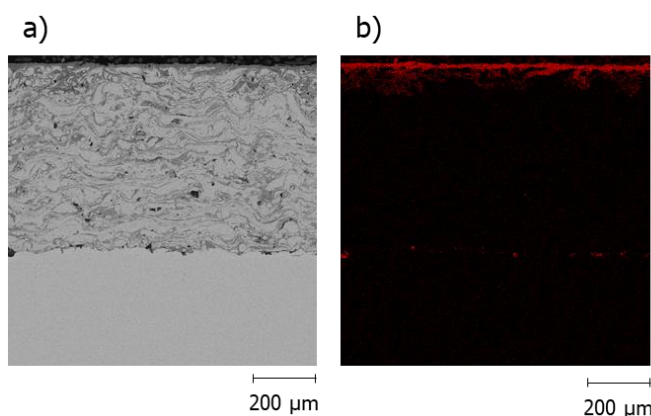


Figura 2. Camada aluminizada a 850°C e 1h no revestimento WAS, a) Imagem de elétrons, b) mapa composicional do Al.

4. Conclusões

A microestrutura do revestimento aspergido, se referindo ao teor de porosidade e óxidos, interfere nas características da camada aluminizada. Em estruturas com maior porosidade o Al difunde preferencialmente pelos contornos das lamelas, produzindo camadas mais superficiais, e em estruturas com oxidação mais severa o Al difunde preferencialmente através do óxido.

5. Referências

- [1] S. Majumdar, B Paul, V Kain, G.K. Dey, Formation of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe-Al}$ layers on SS316 surface by pack aluminization and heat treatment, *Materials Chemistry and Physics*. 190 (2017) 31-37.
- [2] A. Bellucci, S. Bellini, R. Pileggi, D. Stocchi, S. Tuurna, *Journal of Thermal Spray Technology*. 244 (2015), Vol 24.

Agradecimentos

Agradeço à prof. Ana Sofia, ao laboratório de Manufatura Aditiva e Engenharia de Superfícies.

* Autor correspondente. E-mail: edsonvarela@ufpr.br



Estudo da resistência à corrosão e do desgaste da camada martensítica de elevado teor de nitrogênio obtida pelo processo SHTPN no aço AISI 409

Elisiane M. Berton^{1}, Ane C. Rovani¹, Paulo C. Borges¹, Giuseppe Pintaúde¹, Tiago Cousseau¹,
Júlio C. K. das Neves¹*

¹ *Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 80230-901, Curitiba, Paraná, Brasil*

1. Introdução

O aço AISI 409 é um aço ferrítico de baixo valor agregado, com aplicações limitadas devido à baixa dureza o qual resulta na redução das propriedades mecânicas e tribológicas. Pesquisas recentes mostraram que o enriquecimento da superfície do aço com nitrogênio pode melhorar as propriedades mecânicas, o desgaste e a resistência à corrosão em decorrência do nitrogênio supersaturado na fase austenita. O processo SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) mostra melhorias significativas em relação à dureza e a resistência à corrosão, contudo as propriedades de desgaste aplicando o processo SHTPN e especialmente a influência da martensita de nitrogênio ainda não foram relatadas [1]. Sendo assim, este trabalho tem por objetivo verificar o efeito do processo SHTPN nas propriedades superficiais do aço inoxidável ferrítico AISI 409, a fim de aliar boa resistência à corrosão e resistência ao desgaste.

2. Procedimento experimental

As amostras foram submetidas ao processo de SHTPN que consiste em realizar uma nitretação por plasma a 510 °C por 2 horas, seguido de um processo de solubilização na temperatura de 1100 °C por 1 hora com posterior resfriamento em óleo (25 °C). Na sequência as amostras foram temperadas em duas diferentes temperaturas, a 950 °C (NS-T950) e 1050 °C (NS-T1050) por 30 minutos e então revenidas por 60 minutos nas temperaturas de 200 °C (NS-T-R2), 400 °C (NS-T-R4) e 600 °C (NS-T-R6). Os testes eletroquímicos foram realizados por polarização cíclica em NaCl 0,5 mol/L em um potenciostato multicanal, de acordo com a norma ASTM G150. Os perfis de microdureza Vickers foram realizados utilizando um microdurômetro Shimadzu HMV-2, com carga de 0,05 kgf e tempo de 10 segundos. Ensaio de desgaste por deslizamento lubrificados foram realizados utilizando um tribômetro CETR UMT-2. As condições de operação dos testes foram: carga de 8 N, frequência de 5 Hz e comprimento da pista de 10 mm, utilizando como contra-corpo uma esfera de aço 440C com diâmetro de 10 mm. O volume de desgaste foi obtido em um interferômetro óptico - Talusurf CCI Lite.

3. Resultados e discussão

O aço inoxidável AISI 409 em estado de fornecimento possui microestrutura ferrítica. Após a nitretação das amostras verifica-se a formação de uma camada de compostos com espessura de $55 \pm 5 \mu\text{m}$ (Figura 01-a) e dureza de topo $1300 \pm 10 \text{ HV}$, resultante de uma intensa precipitação de nitretos de cromo e/ou ferro (γ' ou ϵ). Com o processo SHTPN, observa-se a que a camada de compostos evoluiu para uma camada com estrutura martensítica na superfície, como mostra a Figura 01-b. Essa camada apresentou dureza de $580 \pm 5 \text{ HV}$, inferior à camada nitretada, contudo a espessura da camada aumentou para mais de 700 μm devido à dissolução dos precipitados ricos em cromo e a difusão do nitrogênio para o substrato durante o tratamento térmico de solubilização. Após os tratamentos térmicos de têmpera (NS-T950, NS-T1050), a camada formada apresentou refino das agulhas da martensita, que ocorrem, pois o segundo tratamento térmico de têmpera é realizado em temperatura e tempo menor e induz novamente a transformação martensita/gama/martensita (Figura 1-c).

* Autor correspondente. E-mail: elismb@hotmail.com **Trabalho apresentado no TriboBr 2018

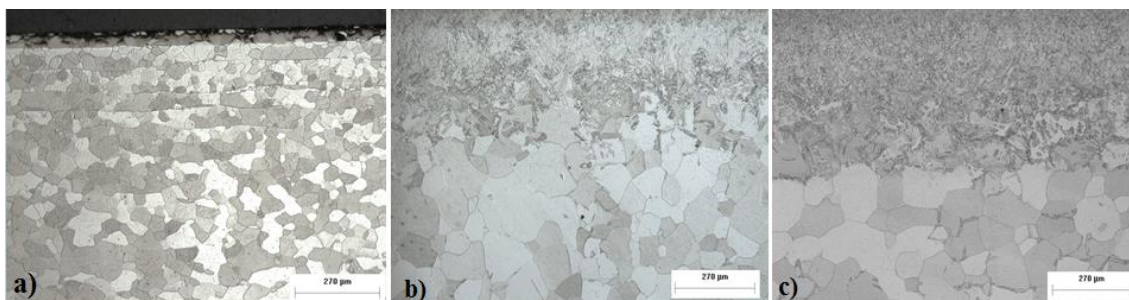


Figura 01. Micrografia do aço AISI 409: a) Nitretado, b) após SHTPN c) NS-T1050.

Os resultados de corrosão mostraram que as amostras que foram apenas nitretadas apresentam potencial de corrosão menos nobre devido à precipitação de nitretos de cromo, que impedem a formação de um filme passivo estável sobre o aço nitretado. Após o processo de SHTPN o nitrogênio presente na camada nitretada é difundido e permanece em solução sólida, resultando na formação de martensita com elevado teor de nitrogênio ($>1,05\%$ wt), e com o segundo processo de têmpera ocorre melhor homogeneização na distribuição do nitrogênio, favorecendo assim para uma melhora na resistência a corrosão em relação à condição sem tratamento. As amostras tratadas por SHTPN seguido de têmpera a 950 e 1050 °C com revenimento a 200 °C apresentaram repassivação e os maiores valores de potencial nucleação de pite, indicando maior resistência à corrosão.

As Figuras 02-a e 02-b mostram os valores médios do coeficiente de atrito lubrificado e o volume de desgaste, respectivamente. Os menores valores do coeficiente de atrito foram observados para o aço nitretado, seguido pelo aço tratado por SHTPN e após NS-T950-R2. Para as amostras nitretadas, o menor coeficiente de atrito pode ser justificado pelos altos valores de dureza superficial. Já as amostras tratadas por SHTPN, têmpera e revenido a 200 °C (NS-T950-R2, NS-T1050-R2) que apresentaram baixo coeficiente de atrito aliado a um baixo volume de desgaste, se deve a formação de uma camada homogênea e isenta de precipitados que reduz a possibilidade de áreas com menor dureza.

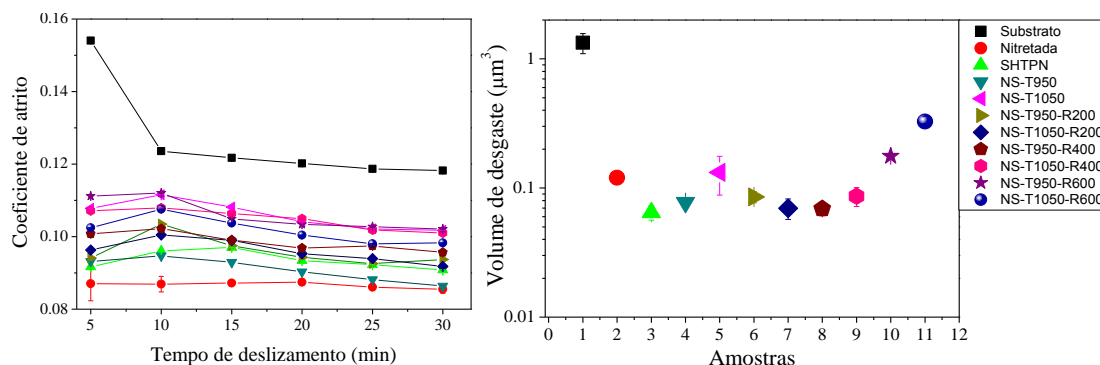


Figura 02. Coeficiente de atrito em função do tempo de deslizamento. b) Volume de desgaste para todas as amostras.

4. Conclusões

Entre todas as amostras avaliadas, observou-se que o tratamento NS-T1050-R2, NS-T950°C-R2 apresentou um equilíbrio entre menor coeficiente de atrito, volume de desgaste e melhor resistência à corrosão.

5. Referências

[1] E. M. Berton, J. C. K das Neves, M. Mafra, P. C. Borges. Kovove Mate. 55 (2017) 317-321.

Agradecimentos

Agradecemos a CAPES e CNPq pelo suporte financeiro e a CMC - UTFPR.

* Autor correspondente. E-mail: elismb@hotmail.com **Trabalho apresentado no TriboBr 2018



Avaliação da resistência à cavitação do aço inoxidável AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura

Fabiane da Silva Severo^{1}, Rodrigo Perito Cardoso¹, Cristiano José Scheuer^{1,2}, Silvio Francisco Brunatto¹*

¹ *Plasma Assisted Manufacturing Technology & Powder Metallurgy Group, Departamento de Engenharia Mecânica, UFPR, 81531-980, Curitiba, PR, Brasil*

² *Departamento de Engenharia Mecânica, UFSM, 97105-900, Santa Maria, RS, Brasil*

1. Introdução

A erosão por cavitação é um processo de destruição superficial que ocorre em pás de turbinas hidráulicas, componentes de bombas, hélices e propulsores de embarcações, entre outros [1,2]. Os danos relacionados a este fenômeno tendem a ser acelerados em componentes expostos de forma contínua ao escoamento da água, e variações na sua pressão [2]. A intensidade do dano sofrido pelo componente dependerá das propriedades mecânicas do material a partir do qual este é fabricado ou, mais precisamente, do modo como este responde aos esforços dinâmicos promovidos pelos fenômenos que geram a cavitação [3]. Segundo Allenstein et al. [3], a resistência à cavitação de um material envolve o compromisso entre dureza e tenacidade, o qual pode ser alcançado através de modificações estruturais promovidas pela aplicação de tratamentos superficiais. Neste sentido, os tratamentos termoquímicos assistidos por plasma têm sido amplamente utilizados para otimizar as propriedades de superfície de materiais de engenharia, ampliando a sua resistência ao desgaste por erosão cavitação [2,4-6]. Neste cenário, as possibilidades de melhoria no desempenho de aços inoxidáveis martensíticos (material comumente aplicado na fabricação dos componentes listados anteriormente) através da aplicação do tratamento de cementação por plasma pode constituir uma alternativa técnica e economicamente viável para o aumento da vida útil destes componentes. Com base no exposto, este trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento ao desgaste por cavitação do aço inoxidável martensítico AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura.

2. Procedimento experimental

Amostras do aço AISI 420 foram austenitizadas a 1050 °C e resfriadas ao ar. Após tratamento térmico, estas foram submetidas às operações de lixamento e polimento de modo a obter um acabamento espelhado. Após serem introduzidas na câmara de cementação, as amostras foram submetidas à operação de limpeza em plasma de H₂+Ar (4:1) a 300 °C por 0,5 h. O tratamento de cementação foi realizado a 400 °C por 12 h, utilizando-se uma mistura gasosa contendo 99,5% (80% H₂+20% Ar) + 0,5% CH₄, alimentada a um fluxo de $1,67 \times 10^{-6} \text{ m}^3\text{s}^{-1}$ e pressão de 400 Pa. A eficiência do tratamento superficial foi determinada através da comparação do desempenho sob cavitação da amostra cementada com o da amostra não tratada (temperada e revenida a 220 °C). Para tanto, as amostras foram submetidas ao ensaio de cavitação acelerada, sendo este realizado segundo a norma ASTM G32-10. A superfície tratada foi caracterizada pelas técnicas de difração de raios X e medições de microdureza. Os mecanismos de dano por cavitação foram analisados utilizando-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura.

3. Resultados e discussão

O aumento do teor de carbono no reticulado cristalino da estrutura martensítica do aço AISI 420 promovido pelo tratamento de cementação por plasma, justifica o deslocamento para ângulos 2θ menores do pico principal (100) no espectro de DRX do material tratado. Esse

* Autor correspondente. E-mail: fabianesevero@ufpr.br



resultado evidencia a formação da fase martensita expandida por carbono (α'_C) [7]. O acréscimo da dureza superficial (de 612 ± 13 HV_{0,3} para $845,3 \pm 47$ HV_{0,25}) também é creditado à formação da fase α'_C , como também, da fase Fe₃C [7]. A formação destas fases propiciou um aumento na resistência à erosão por cavitação do material tratado (Figura 1). A Figura 2 demonstra o dano superficial sofrido pelas amostras não tratada (Figura 2a) e cementada por plasma (Figura 2b), evidenciando claramente o acréscimo da resistência à cavitação promovido pelo tratamento.

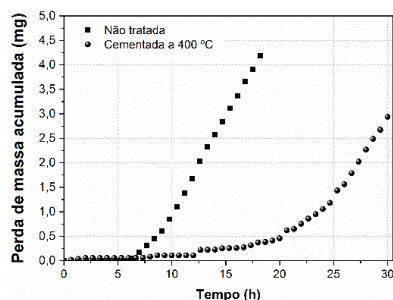


Figura 1. Curva de perda de massa acumulada vs. tempo de ensaios de cavitação acelerada.

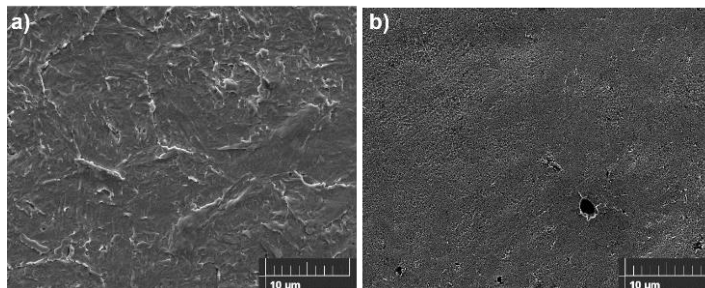


Figura 2. Dano superficial nas amostras a) não tratada e b) cementada por plasma a baixa temperatura após 4 h de ensaio de cavitação acelerada.

4. Conclusões

Foi demonstrado que o tratamento de cementação por plasma a baixa temperatura pode ser empregado para promover o aumento da resistência à cavitação do aço inoxidável martensítico AISI 420. Essa melhora no desempenho à cavitação ocorre em função do acréscimo da dureza promovido pela formação das fases α'_C e Fe₃C. A formação destas fases promoveu a alteração do comportamento do aço frente aos esforços dinâmicos e cíclicos gerados pelos fenômenos que causam a cavitação, durante o período de incubação.

5. Referências

- [1] S. N. Buravova, Yu. A. Gordopolov, International journal of fracture. 170 (2011) 83–93.
- [2] A. N. Allenstein et al., Applied Surface Science. 277 (2013) 15–24.
- [3] I. Pădurean et al., Revue Roumaine des Sciences Techniques - Série de Mécanique. 52 (2007) 15–26.
- [4] A. N. Allenstein, C. M. Lepienski, A. J. A. Buschinelli, S.F. Brunatto, Wear. 309 (2014) 159–165.
- [5] L. A. Espitia, L. Varela, C. E. Pinedo, A. P. Tschiptschin, Wear. 301 (2013) 449–456.
- [6] L. A. Espitia et al., Wear 332 (2015) 1070–1079.
- [7] F. S. Severo, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, (2017).

Agradecimentos

À CAPES, ao CNPq, CNPq-Universal Grant N. 482380/2012-8, MCTI/CNPq/CT-Aquaviário Grant N. 456347/2013-5, ao Laboratório de Óptica de Raios X e Instrumentação (LORXI-UFPR), ao Centro de microscopia (CME-UFPR), à empresa AQUACORT.



Projeto de Pesquisa em Tribocorrosão de Aço Duplex UNS S32750 Nitretado por Plasma em Baixas Temperaturas.

Felipe A. de A. Possoli^{1*}, Euclides A. Bernardelli¹, Paulo C. Borges¹

¹ Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 81280340, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

Os aços inoxidáveis duplex (AIDs) são utilizados em aplicações onde os aços inoxidáveis austeníticos (AIAs) não atendem os requisitos de resistência mecânica e corrosão para otimização do custo de vida de componentes e equipamentos das indústrias químicas, petroquímicas e alimentícias [1]. Com o desenvolvimento de tratamentos de cementação e nitretação em baixas temperaturas (ex. 400 °C) foi possível elevar a dureza sem reduzir a resistência à corrosão, especialmente em AIAs. Este ganho de dureza e resistência à corrosão está associado à formação de uma fase austenítica rica em N, C ou ambos, chamada ora de fase-S, ora de austenita expandida ($\gamma_{N,C}$) [2]. Superfícies constituídas de $\gamma_{N,C}$ em AIAs já possuem aplicações tecnológicas na área da saúde, alimentícia, energia nuclear e automotiva para solucionar problemas com corrosão e desgaste concomitantes, como apontado por Dong [2]. Assim, pode-se esperar uma demanda no desenvolvimento destas superfícies em AIDs, onde será necessário o conhecimento de seus desempenhos sob corrosão e desgaste.

Poucos estudos avaliaram o desempenho sob corrosão e desgaste de AID nitretados em baixa temperatura [3-6], e destes trabalhos citados apenas um [6] avaliou o desempenho em tribocorrosão. Verifica-se também que os processos de nitretação adotados naqueles estudos são distintos, bem como as ligas de AID estudadas, dificultando a comparação de resultados e compreensão do processo e suas aplicações. Neste cenário, este projeto de pesquisa propõe uma metodologia para avaliação do desempenho sob tribocorrosão do AID UNS S32750 nitretado por plasma (NP) nas temperaturas entre 300 e 450 °C, e diferentes tempos de nitretação (2 à 8h).

2. Procedimento experimental

O procedimento experimental proposto é apresentado na Figura 1. Amostras serão nitretadas em reator de plasma de parede quente equipado com fonte de corrente contínua pulsada (CC). Previamente a nitretação, as amostras serão limpas e ativadas através da etapa de *sputtering* com argônio (Ar). As condições de nitretação e *sputtering* são apresentadas no fluxograma da Figura 1. As amostras serão analisadas microestruturalmente através das técnicas de difração de raios-X (DRX) para análise de fases, microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microdureza *Vickers* e dureza instrumentada. Espectrometria de raios-X por dispersão de energia (EDS) e por comprimento de onda (WDS) serão utilizadas para microanálises químicas. Todas as técnicas serão utilizadas para a determinação de características que possibilitem a distinção entre as camadas nitretadas formadas sobre grãos ferríticos ou austeníticos, bem como auxiliar na inferência nos comportamentos apresentados em corrosão, desgaste e tribocorrosão.

Ensaio de corrosão e desgaste serão executados isoladamente tanto para observar o comportamento do material quanto para determinar os valores de parâmetros do ensaio de tribocorrosão intermitente descrito na norma espanhola UNE 112086 [9]. O meio será NaCl à 0,5M, devido a susceptibilidade dos aços inoxidáveis em meios contendo Cl e de suas aplicações em plataformas petrolíferas *offshore* [1]. As pistas de desgaste serão avaliadas por MEV e também por interferometria ótica (I.O), que possibilitarão análises morfológicas, químicas e também dimensionais (volume desgastado).

* Autor correspondente. E-mail: felipepossoli@gmail.com

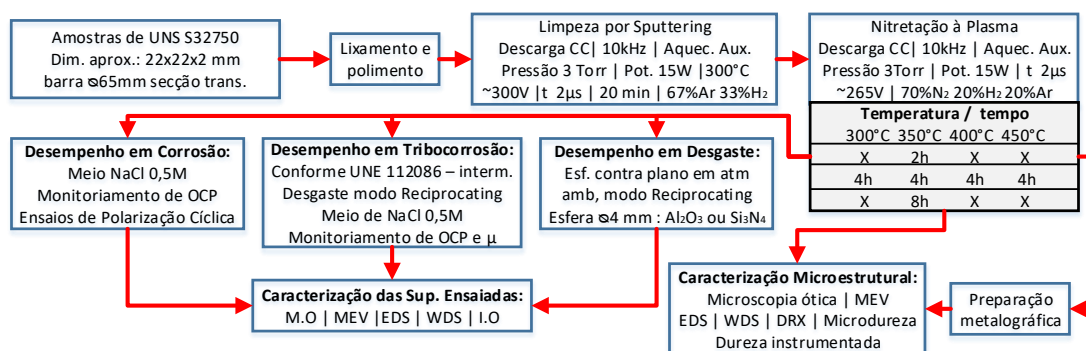


Figura 1. Fluxograma do procedimento experimental proposto para este projeto de pesquisa.

3. Justificativa do Projeto

Os resultados deste projeto não estão finalizados, logo condições de estudo e parâmetros de ensaio podem variar. Assim, neste tópico é apresentada uma breve justificativa do procedimento experimental para avaliar o desempenho sob tribocorrosão do AID UNS S32750 NP.

Há ao menos duas normas para avaliação do fenômeno da tribocorrosão, a ASTM G119 [8] e UNE 112086 [7]. A norma ASTM sugere técnicas de polarização (TP) durante os ensaios de desgaste, bem como utiliza destes resultados para determinar as contribuições de perda de material. A interpretação dos resultados das TP é sensível a ruídos eletroquímicos, que podem provir do constante desgaste mecânico durante o ensaio. A norma americana ainda sugere polarizações catódicas de 1 V como forma de inibir a corrosão, favorecendo a formação gás H_2 na superfície da amostra podendo alterar o contato hidrodinâmico do ensaio [8]. Já a norma espanhola sugere técnicas eletroquímicas menos destrutivas e menos aceleradas, o que pode favorecer a obtenção de resultados de menor dispersão e mais próximos às aplicações práticas.

As condições experimentais propostas foram selecionadas de modo a inibir a precipitação de $Cr_{(1-2)}N$, devido ao seu efeito deletério na resistência à corrosão de AIDs, e obter camadas tenazes, por elevarem a resistência ao desgaste [2-6]. Kaliyaga et al [3] reportam precipitação de $(Fe,Cr)_2N$ em condição NP à 350 °C por 40h e trincas na condição tratada à 400 °C por 20h, usando atmosfera rica em N_2 . Neto et al [5] obtiveram camadas livres de $Cr_{(1-2)}N$ em temperaturas até 400°C, para NP em atmosfera pobre em N_2 durante 2h. Trincas nas camadas NP em 450-480 °C por 10 h também foram reportadas por Li et al [6] piorando a resistência ao desgaste e em tribocorrosão. Assim, verifica-se a oportunidade de estudar nitretações por plasma em temperaturas de 300, 350, 400 e 450°C, em atmosfera rica em N_2 e para tempos inferiores à 10h. Esperam-se menores espessuras de camada para menores tempos e temperaturas (<400 °C), porém maior resistência à corrosão e menor tendência ao trincamento.

4. Referências

- [1] H. H. Uhlig, Uhlig's Corrosion Handbook, 2ª ed, John Wiley & Sons, New Jersey, 2000.
- [2] H. Dong, International Materials Reviews 55:2 (2010), 65-98.
- [3] A. M. Kaliyaga, M. Pohl, Surf. Coat. Tech. 98 (1998) 1205–1210.
- [4] L. H. Chiu, Y. Y. Su, F. S. Chen, H. Chang, Mat. and Manuf. Proc. 25:5 (2010) 316-323.
- [5] J. O. P. Neto et al., Materials Research 19:6 (2016) 1241-1252.
- [6] X. Li, W. Dou, L. Tian, H. Dong, Lubricants 6 (2018) 93-105.
- [7] AENOR – Asociación Española de Normalización y Certificación, UNE 112086, Madrid, 2016.
- [8] ASTM – American Society for Testing and Materials, ASTM G119-09, Pennsylvania, 2016.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, CNPQ e a Fundação Araucária pelo fomento à esta pesquisa.

* Autor correspondente. E-mail: felipepossoli@gmail.com



Obtenção de Padrões Auto-Organizados por Nitretação em Paraequilíbrio da Liga Fe-3% Al: Influência da Orientação Cristalográfica

Fernando I. Zanetti^{1*}, Rafael P. Prestes¹, Rodrigo P. Cardoso¹, Silvio F. Brunatto¹, Gelson B. de Souza²

¹ Universidade Federal do Paraná, 81531-980, Curitiba, Paraná, Brasil

² Universidade Estadual de Ponta Grossa, 84030-900, Ponta Grossa, Paraná, Brasil

1. Introdução

Em muitas aplicações, o material deixou de ser apenas a parte estrutural do componente e passou a apresentar funções, sejam elas do tipo *smart* (no sentido de reagir a um estímulo provocado pelo meio) ou então imitar peculiaridades da natureza como hidrofobismo e/ou diminuição do arrasto hidrodinâmico (biomimetismo) [1]. Para tanto, estudos para diversas aplicações têm buscado esta funcionalização através da produção de padrões ordenados na superfície, porém estes processos costumam ser dispendiosos e implicar em mais uma etapa distinta de processamento [2].

Para contornar este problema, este estudo propõe a produção de padrões auto-organizados na superfície tratada de um metal durante a nitretação por plasma a baixa temperatura. As condições de baixa temperatura e tempos pequenos são imprescindíveis para a condição de paraequilíbrio e formação da fase metaestável de interesse, o nitreto de alumínio cúbico (c-AlN – com estrutura *Rock Salt*, similar à estrutura cúbica de face centrada) e que apresenta relação de orientação com a ferrita (de Bain) dos planos $(001)_{\alpha\text{-Fe}} // (001)_{\text{c-AlN}}$ na direção $[110]_{\alpha\text{-Fe}} // [100]_{\text{c-AlN}}$ [3]. Todavia, a potencialidade desta fase na formação de padrões ordenados na superfície de ligas FeAl ainda não foi explorada.

Sendo assim e após observação de estudos prévios de que existe expressiva diferença entre os padrões formados entre diferentes grãos, este estudo visa, de maneira inédita, identificar a relação entre a orientação cristalográfica e os padrões formados na superfície.

2. Procedimento experimental

A produção da liga já foi descrita previamente [4], cabendo ressaltar apenas que se trata de uma liga de Fe com 3% Al em peso (estrutura cúbica de corpo centrado), com grãos de aproximadamente 300 μm de diâmetro. A amostra foi preparada metalograficamente para mapeamento da orientação cristalográfica por *Electron backscatter diffraction* (EBSD) antes da nitretação e, em seguida, avaliada a mesma região por Microscopia Confocal. A amostra também foi avaliada por Difração de Raios-X, Microscopia Ótica e Ensaio de Dureza Vickers.

O tratamento de nitretação consistiu em uma etapa de limpeza a 300 °C por 30 minutos, na pressão de 400 Pa com fluxo de 200 *sccm* composto por uma mistura de 90% H₂ + 10% Ar. Em seguida a temperatura foi mantida em 300 °C e a composição da mistura gasosa foi alterada para 70% N₂ + 20% H₂ + 10% Ar, mantendo-se os demais parâmetros constantes. A nitretação perdurou por 4 h, momento em que o plasma foi desligado. O resfriamento ocorreu sob fluxo até a temperatura de 100 °C, sendo as amostras retiradas após a temperatura baixar de 60 °C.

3. Resultados e discussão

Na figura 1.a) é apresentada a micrografia da amostra antes do tratamento com a orientação cristalográfica mapeada por EBSD sobreposta (indicada pelo conjunto de 3 quadrados), onde o quadrado completo (da esquerda) indica a orientação do plano paralelo à superfície, o quadrado superior refere-se ao plano no eixo X e o inferior ao eixo Y. Após o tratamento, a superfície é

* Autor correspondente. E-mail: fernando.iz@ufpr.br



apresentada na figura 1.b). Os grãos com plano (001) paralelo à superfície apresentam padrão liso, possivelmente devido ao plano de hábito $(001)_{\alpha\text{-Fe}} // (001)_{\text{c-AlN}}$ entre a estrutura cúbica de corpo centrado do substrato e a cúbica de face centrada da fase que se forma (c-AlN), fazendo com que nesses grãos o crescimento seja possivelmente planar e perpendicular à superfície. Em contrapartida, no plano (111) foram observados os grãos com maior rugosidade, porém ainda precisa ser esclarecido se esta rugosidade se deve ao crescimento da fase ou se está relacionada à algum fenômeno atrelado à precipitação abrupta após supersaturação do substrato. Ademais, nestes grãos também foi possível observar relação entre a rotação do eixo perpendicular à superfície com a direção dos padrões observados.

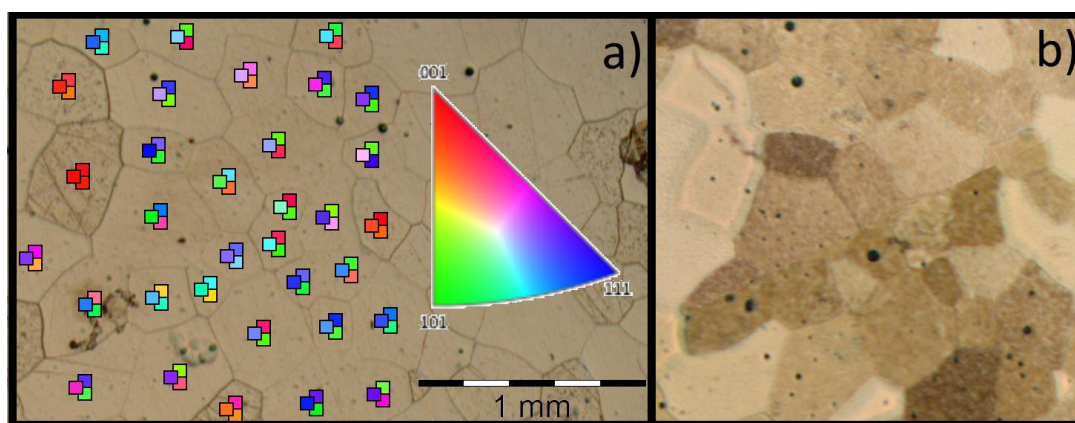


Figura 1. Superfície da amostra: a) antes; e b) após a nitretação.

4. Conclusões

Através da análise minuciosa da região mapeada por EBSD, antes e depois do tratamento de nitretação a baixa temperatura, é possível afirmar que a orientação cristalográfica do grão exposto ao tratamento é fator determinante no padrão apresentado. Neste âmbito, alguns pontos podem ser salientados:

- i) Grãos com o plano (001) paralelos à superfície apresentam um padrão com menor rugosidade. Ademais, os grãos com este plano paralelo à superfície demonstram abaulamento convexo;
- ii) Grãos com o plano (111) paralelos à superfície apresentam um padrão com maior rugosidade e a direção do padrão formado parece estar correlacionada com a rotação no eixo perpendicular à superfície; e, por fim,
- iii) O plano (101) também apresenta, em sua maioria grãos rugosos, porém com rugosidade menor que a do plano (111); então, análise mais detalhada e com maior amostragem ainda se faz necessária.

5. Referências

- [1] K. Koch, B. Brushan, W. Barthlott, *Process In Material Science*, 54 (2009), 137-178.
- [2] B. K. Nayak, M. C. Gupta, *Optics and Lasers in Engineering*, 48 (2010), 940-949.
- [3] S. R. Meka, E. Bischoof, R. E. Schacherl, E. J. Mittenmeijer, *Phil.Magazine*, 92 (2012), 1083-1105.
- [4] F. I. Zanetti, W. L. Alexandre, S. F. Brunatto, R. P. Cardoso, *Proceedings of XIV Brazil MRS Meeting*, (2015), 998-999.

Agradecimentos

Os autores são gratos pelo financiamento da CAPES através de bolsa de estudos e do CNPq pelo projeto de pesquisa. Também é imprescindível agradecer ao C-LABMU/UEPG bem como o Laboratório de Óptica de Raios-X e Instrumentação (LORXI) e o Laboratório de Manufatura Aditiva e Engenharia de Superfícies (LAMAES), ambos da UFPR.

* Autor correspondente. E-mail: fernando.iz@ufpr.br



Nitretação à plasma em pressão atmosférica utilizando reator DC de três eletrodos com mistura gasosa de Ar, N₂ e H₂

Guilherme Seiti Kobayashi, Edson Luiz Gawlowski Junior, Rodrigo Perito Cardoso.*

Universidade Federal do Paraná, 81530-000, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

Tratamentos termoquímicos assistidos por plasma atendem rigorosas leis ambientais e de segurança, enquanto proveem melhorias nas propriedades mecânicas da superfície de materiais. Entretanto, esses tratamentos geralmente ocorrem em ambientes de baixa pressão [1], com o qual são acompanhados os altos custos de equipamentos, além dessa técnica impor tratamentos em batelada. Para superar esses fatores limitantes, é interessante estudar tratamentos termoquímicos assistidos por plasma a pressões atmosféricas [2]. Neste trabalho foi utilizado um reator DC de três eletrodos para realização de tratamentos de nitretação em aço ABNT 1020 a uma temperatura de 400 °C por 2h em uma atmosfera de 500 sccm de Ar e 14 sccm de mistura gasosa de 95% N₂ + 5% H₂. Para verificar a eficácia do tratamento utilizando o sistema, foram realizados testes de micro dureza, microscopia ótica e difratometria de raios X.

2. Procedimento experimental

Utilizando um reator DC de três eletrodos, e sobre a influência de uma diferença de potencial, é realizado uma micro descarga entre dois eletrodos, que estão numa distância de 85 micrometros. Esta descarga é então subsequentemente expandida em direção a um terceiro eletrodo, que é a amostra e está a 7,4 mm da microdescarga, pela aplicação de uma diferença de potencial. Este modelo está apresentado nas figuras 1 e 2. Para fornecer a energia necessária para atingir as temperaturas de tratamento foi utilizado um sistema de aquecimento auxiliar. Utilizando esse aparato, amostras de aço cilíndricas de ABNT 1020 com 9mm de diâmetro e 11mm de altura, polidas, foram nitretadas a 400 °C por 2 h, usando mistura gasosas de 500 sccm de Ar e 14 sccm de uma mistura composta de 95% N₂ + 5% H₂, com 99,999% de pureza. Após este tratamento, as amostras foram analisadas por difratometria de raios X (DRX), utilizando difratometro Shimadzu XRD 7000 com um tubo de raios X de Cu na configuração Bragg-Brentano. Para a análise microestrutural, amostras foram seccionadas transversalmente, lixadas, polidas e atacadas com reagente Nital 3%, para revelar a microestrutura. As micrografias foram realizadas utilizando um microscópio ótico Olympus BX51M. Os testes de microdureza foram realizados utilizando um Micro Hardness Tester HMT-2T da marca Shimadzu, aplicando cargas de 50 gf, no qual o pico da carga de contato acontece em 15 s, e os dados apresentados são medias de 5 medidas.

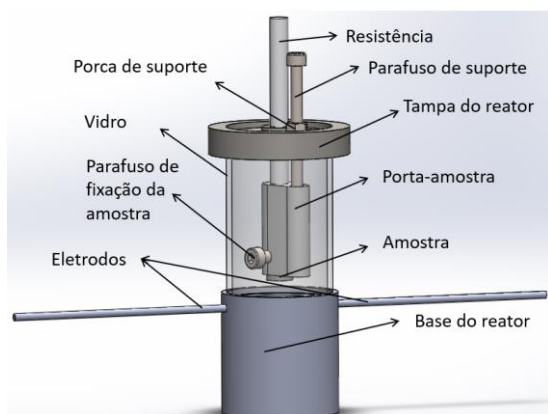


Figura 1. Esquema do reator DC em configuração de tríodo utilizado nesse trabalho.

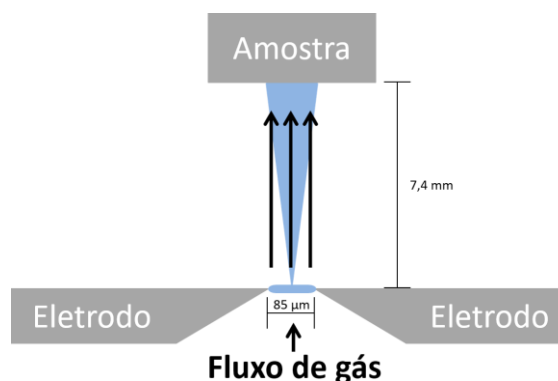


Figura 2. Esquema da disposição dos três eletrodos, incluindo ambos eletrodos responsáveis

* Autor correspondente. E-mail: seiti.kobayashi@ufpr.br



pela microdescarga, e amostra para descarga expandida.

3. Resultados e discussão

Foi verificado um aumento a dureza de topo, de $216,7 \pm 7,2 \text{ HV}_{0,05}$ para $347,60 \pm 17,57 \text{ HV}_{0,05}$. Foi também verificado a formação de camada de nitretos na micrografia de seção transversal, assim como observado na Figura 3, e corroborada com os picos de nitretos observados no padrão de DRX da Figura 4, estes picos correspondem aos nitretos Fe_3N e Fe_{16}N_2 . Foi também evidenciado a formação de óxidos de Ferro (Fe_2O_3 e Fe_3O_4).

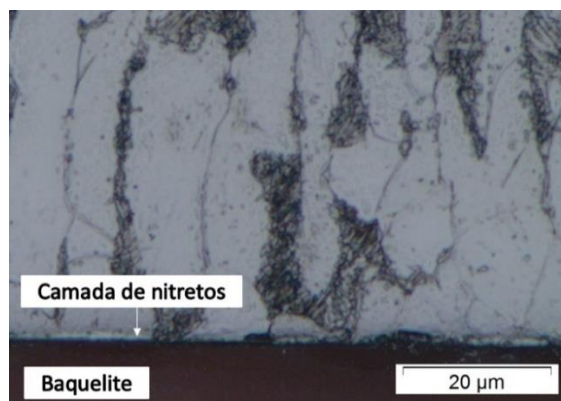


Figura 3. Micrografia da seção transversal.

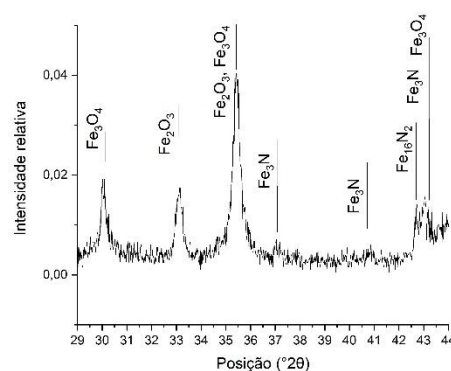


Figura 4. Padrão de DRX da superfície tratada.

4. Conclusões

A nitretação foi bem-sucedida, com evidências no aumento de dureza, picos respectivos à nitretos no DRX. e camada de nitretos, entretanto, ocorreu oxidação da amostra, na superfície do tratamento.

5. Referências

- [1] Y. Sun, T. Bell, Mater Sci Eng A 140 (1991) 419–434.
- [2] P. Bruggeman, R. Brandenburg, J. Phys. D: Appl. Phys. 46 (2013) 464001.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório de óptica de Raios X e instrumentação (LORXI) e ao laboratório de Engenharia de Superfícies, por oferecer infraestrutura laboratorial.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.



Efeito do modo de aquecimento na nitretação por plasma do aço martensítico inoxidável CA-6NM

Giovanni C. Silva¹, Tarciana D. Toscano¹, Leonardo L. Santos¹, Igor G. Zanella¹, Rodrigo P. Cardoso¹, Silvio F. Brunatto^{1*}

¹ Universidade Federal do Paraná, 81530-000, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

A nitretação por plasma pode aperfeiçoar as propriedades de dureza e resistência ao desgaste introduzindo nitrogênio atômico na rede cristalina do material sem afetar a resistência à corrosão. O cromo permanece praticamente imóvel graças a sua baixa cinética de difusão em temperaturas inferiores à 400 °C, todavia como a difusão também é uma função do tempo, procura-se evitar longos períodos de tratamento para impedir a formação de nitretos de cromo.

Após a nitretação de aços martensíticos, uma fase metaestável conhecida como ‘martensita expandida’ (α'_N) é obtida como resultado da expansão dos parâmetros de rede cristalinos pelo nitrogênio [1]. Marot *et al.* [2] associa a grande quantidade de nitrogênio solubilizado na fase martensítica após a nitretação por plasma com a presença de elementos de liga, caso contrário, é difícil considerar que grandes quantidades de átomos intersticiais se dissolvam na martensita.

Os parâmetros de nitretação, tais como mistura gasosa, temperatura, pressão e tempo de tratamento, podem ser alterados para melhorar as propriedades tribológicas do material. Entretanto, nenhuma informação foi encontrada na literatura especializada a respeito do efeito do modo de aquecimento adotado durante a nitretação por plasma e como isto pode afetar as características superficiais das amostras tratadas. Assim sendo, o estudo deste referido efeito constitui-se no objetivo principal do presente trabalho.

2. Procedimento experimental

Amostras do aço inoxidável martensítico CA-6NM (12,51% Cr, 3,9% Ni, 0,459% Mo, 0,91% Mn, 0,508% Si, <0,1% P, <0,1% S, <0,06% C) de 9,5 mm de diâmetro foram austenitizadas a 1000 °C durante 0,5 h e então temperadas ao ar. Metade das amostras foi submetida a revenimento a 620 °C durante 10 h seguido de resfriamento ao ar. As amostras de aço CA-6NM foram nitretadas nas condições de temperada e temperada e revenida.

A fonte de corrente contínua com tensão pulsada possui uma frequência de 4,2 kHz e transfere energia ao plasma ajustando-se o tempo de pulso ligado (t_{on}), o que possibilita controlar a energia fornecida ao plasma. O período total de pulso ($t_{on} + t_{off}$) é de 240 μ s. Adicionalmente, uma resistência elétrica auxiliar foi acoplada na câmara de nitretação, envolvendo a estrutura do cátodo e fornecendo energia térmica por meio de seu aquecimento.

A nitretação por plasma foi realizada a 400 °C, na pressão de 3 Torr, durante 8 h de tratamento, numa mistura gasosa de 70% N₂ + 20% H₂ + 10% Ar. Para avaliar a influência do modo de aquecimento, com influencia na reatividade do plasma, três casos distintos foram analisados: i) amostras aquecidas apenas sob descarga elétrica (t_{on} fixo em 30 μ s e resistência auxiliar desligada); ii) t_{on} fixo em 20 μ s com resistência auxiliar ligada; e iii) t_{on} fixo em 10 μ s com resistência auxiliar ligada, ambos os casos ii e iii com a potência da resistência auxiliar sendo ajustada para manter a temperatura de 400 °C pré-estabelecida.

Caracterizações de microdureza utilizando o microdurômetro Shimadzu HMV-2T (carga 300 gF e tempo de aplicação de carga de 15 segundos) e imagens de seção transversal utilizando o microscópio eletrônico de varredura Tescan LMU Vega 3 foram realizadas para determinar a microdureza e espessura de camada, respectivamente, das amostras nitretadas.

* Autor correspondente. E-mail: brunatto@ufpr.br



3. Resultados e discussão

A Fig. 1 ilustra as espessuras das camadas nitretadas obtidas após o tratamento de nitretação. Para as nitretações aqui realizadas, assume-se que variações na espessura da camada com o tipo de tratamento térmico, previamente realizado nas amostras, estejam relacionadas com a presença de defeitos cristalinos, aqui representada pela maior densidade de discordâncias esperada para as amostras temperadas, que constitui-se em caminhos de difusão adicionais para o intersticial nitrogênio. Pode-se observar também na Fig.1 que, ao se usar o aquecimento auxiliar (condições de t_{on} fixadas em 10 e 20 μ s), as espessuras das camadas nitretadas aumentam com o uso de um t_{on} maior, para ambos os casos estudados (amostras revenidas e temperadas). Isto significa que o uso de aquecimento auxiliar para se obter a temperatura de nitretação desejada, em detrimento do aquecimento por plasma (quando da utilização dos dois modos de aquecimento, plasma e resistência elétrica) tende a resultar na diminuição da reatividade do meio e ainda na densidade de defeitos pontuais na superfície, no caso vazios e intersticiais (N atômico) [3], o que explicaria a menor espessura da camada nitretada obtida para a condição de t_{on} fixado em 10 μ s com resistência auxiliar ligada (condição iii). Por outro lado, com o aquecimento ocorrendo exclusivamente por plasma (condição de t_{on} fixo em 30 μ s e resistência auxiliar desligada), sugere-se que o efeito de *sputtering* passaria a ser importante [3], levando átomos do material, incluindo-se aqui os de nitrogênio recém chegados na superfície exposta ao contínuo bombardeamento pelas espécies rápidas do plasma, a serem arrancados da superfície em tratamento, o que explicaria a tendência de diminuição da espessura da camada obtida para este caso, quando comparada com a condição de t_{on} fixo em 20 μ s.

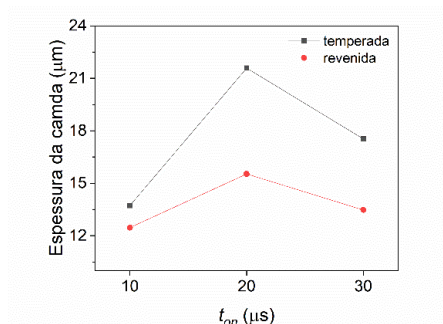


Figura 1. Espessura da camada das amostras nitretadas por plasma.

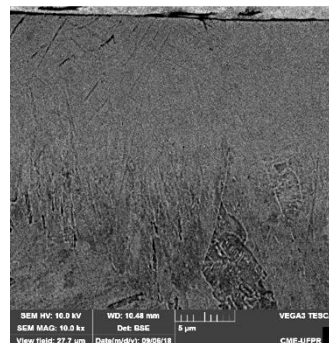


Figura 2. Aspecto da camada nitretada da amostra temperada usando-se aquecimento auxiliar e t_{on} fixado em 10 μ s (caso iii).

4. Conclusões

Os resultados aqui apresentados sugerem que: i) a forma de aquecimento tem direta influencia no rendimento do processo, quando referido à espessura da camada nitretada obtida; e ii) para ambas as condições estudadas (amostras revenidas e temperadas), maiores espessuras foram alcançadas para t_{on} fixado em 20 μ s e com resistência auxiliar ligada.

5. Referências

- [1] S.. Kim, J.. Yoo, J.. Priest, M.. Fewell, Surf. Coat. Technol. 163–164 (2003) 380–385.
- [2] L. Marot, L. Pichon, M. Drouet, A. Straboni, Mater. Lett. 44 (2000) 35–38.
- [3] B. Chapman, Glow Discharge Processes, 1ª ed., John Wiley & Sons, London, 1980.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES e ao CNPq pelo apoio financeiro para realizar a pesquisa.



Análise tribocorrosiva do aço inoxidável AISI 316LVM nitretado para aplicações biomédicas

Guilberth Hobold¹, Carlos A. H. Laurindo¹, César A. Neitzke¹, Gelson B. de Souza², Ricardo Torres¹, Paulo Soares¹

¹ Pontifícia Universidade Católica do Paraná, 80215-901, Curitiba, Paraná, Brasil

² Universidade Estadual de Ponta Grossa, 84010-330, Ponta Grossa, Paraná, Brasil

1. Introdução

Implantes biomédicos estão sujeitos a micro movimentações dentro do organismo, além de estarem expostos a diversos fluídos corporais, que geram a sua corrosão. Quando ambos ocorrem simultaneamente, o fenômeno é chamado de tribocorrosão [1]. O aço inoxidável AISI 316LVM é utilizado em implantes, devido a sua maior resistência à corrosão em relação a outros aços, pelo fato de conter elevados teores de cromo e molibdênio [2]. Porém, sempre há uma busca por melhores propriedades mecânicas e uma maior resistência a corrosão neste tipo de material, uma das técnicas utilizadas para gerar estas melhorias é a nitretação [3]. O objetivo deste trabalho foi avaliar os efeitos das nitretações do aço inoxidável, em relação a corrosão e desgaste, sendo feitas através das técnicas de PIII (*Plasma Immersion Ion Implantation*) e *Glow Discharge*, onde a primeira técnica consiste na difusão e implantação de íons de nitrogênio na superfície do material, já a segunda técnica consiste apenas na difusão atômica, ambas alterando a composição química, as propriedades mecânicas e a resistência a corrosão do aço.

2. Procedimento experimental

As amostras do aço foram cortadas em discos de 1/2" x 3mm, lixadas e polidas com alumina. Após este processo, foram submetidas a diferentes condições de nitretação, iniciando pela técnica *Glow Discharge* e posteriormente, a técnica PIII. Para ambas as nitretações, foram mantidas fixas algumas condições, para avaliar as diferenças entre as duas técnicas. Foram mantidas as proporções de mistura de gases (50% N₂ + 50% H₂), o tempo de cada nitretação foi de 4 horas e foram também mantidas as temperaturas de 300°C, 350°C e 400°C. Após as nitretações, as amostras foram submetidas a análise por Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS para analisar a variação da concentração de nitrogênio nas camadas. A difração de raios-X mostrou as estruturas cristalinas formadas, o ensaio de nanoindentação revelou as alterações ocorridas na dureza e módulo de elasticidade no material e por fim, o ensaio de tribocorrosão mostrou os diferentes desempenhos das camadas formadas em relação ao desgaste e corrosão.

3. Resultados e discussão

O processo de nitretação PIII formou camadas uniformes, conforme pode ser observado na Figura 1, mas a grande diferença observada entre as duas técnicas de nitretação foi em relação ao tipo das camadas formadas, onde as camadas formadas pela técnica PIII a 400°C foram menos espessas (1,9 µm contra 7,1µm obtidos via nitretação *Glow Discharge*), já nas outras condições de PIII foram obtidas camadas, enquanto no processo GD não houve a formação, apenas difusão de nitrogênio. Em relação a dureza média, todas as amostras nitretadas apresentaram alterações, onde a amostra nitretada via PIII a 400°C apresentou uma dureza média de 14GPa, enquanto a amostra nitretada via GD a 400°C, apresentou valores de dureza inferiores a 14GPa e decrescentes, conforme a profundidade das indentações. As diferentes temperaturas de nitretação

* Autor correspondente. E-mail: guilberth.hobold@hotmail.com



também geraram diferenças em relação as fases formadas, sendo formados os nitretos de cromo e ferro apenas acima de 350°C. As diferentes técnicas e processos de nitretação levaram à formação de novas camadas de nitretos e austenita expandida, alterando a composição química das superfícies das amostras, assim como a sua performance no ensaio de tribocorrosão, como pode ser observado na Figura 2. Em alguns casos, a performance foi melhor em relação ao aço sem tratamento, como era desejado, já em outros, não ocorreram maiores alterações em relação a amostra de referência. Apenas desgaste abrasivo ocorreu em todos os casos.

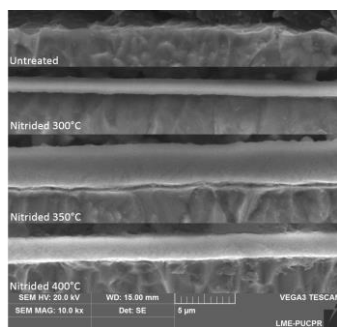


Figura 1. Imagem de MEV da seção transversal das amostras nitretadas pela técnica PIII.

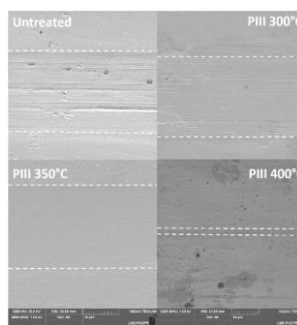


Figura 2. Imagem de MEV das trilhas de tribocorrosão das amostras nitretadas por PIII

4. Conclusões

Conclui-se que o processo de nitretação é uma solução viável para aumentar a resistência do aço inoxidável AISI 316LVM a tribocorrosão, desde que feita na condição mais adequada, que neste caso foi a nitretação pela técnica PIII a temperatura de 400°C, pois apresentou uma melhor performance no ensaio de tribocorrosão e melhores propriedades mecânicas.

5. Referências

- [1] Chen, Q., & Thouas, G. A. Metallic implant biomaterials. *Materials Science and Engineering* 87 (2015) 1-57.
- [2] Obadele, B. A., Andrews, A., Shongwe, M. B., & Olubambi, P. A. Tribocorrosion behaviours of AISI 310 and AISI 316 austenitic stainless steels in 3.5% NaCl solution. *Materials Chemistry and Physics*, 171 (2016) 239-246.
- [3] Saravanan, P., Raja, V. S., & Mukherjee, S. Effect of plasma immersion ion implantation of nitrogen on the wear and corrosion behavior of 316LVM stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 201 (2007) 19-20

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES pela bolsa de mestrado, à Neo-Ortho pelo fornecimento do aço, e ao grupo NESAP.



Estabilidade térmica da fase S formada por implantação iônica na superfície do aço AISI 316L

Guilherme M. Valadão^{1}, Willian R. de Oliveira¹, Gelson B. de Souza¹*

¹ *Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, Paraná, Brasil*

1. Introdução

Os aços inoxidáveis são utilizados em diversos ambientes, sendo de extrema importância na extração de petróleo e gás da região geológica do Pré-Sal. A nitretação proporciona melhoras significativas em suas propriedades mecânicas de superfície e de resistência à corrosão, obtidas pela presença da fase S, supersaturada em nitrogênio [1-3].

Ao se expor o aço inoxidável AISI 316 nitretado a temperaturas a partir de 300 °C, ocorre a redistribuição de nitrogênio na camada superficial [2,4]. A exposição do aço contendo fase S a 400 °C resulta em uma camada mais espessa e com menor concentração de nitrogênio, sem a precipitação de nitretos de cromo [2,5]. Porém, em aquecimentos acima de 450 °C durante curtos períodos de tempo, há precipitação de CrN. No entanto, o tempo é variável em função das condições prévias da camada nitretada e da temperatura empregada nos tratamentos térmicos (TT). Dessa forma, o decaimento da fase S inicia em tempos menores quanto maior a temperatura de TT, comprometendo sua resistência à corrosão [2,5].

O objetivo deste trabalho foi verificar a estabilidade térmica de superfícies do aço AISI 316L nitretadas por implantação iônica por imersão em plasma (PIII), quando submetidas a tratamentos térmicos de 400 °C sob tempos diferentes, visando estudar os limites de aplicação para as superfícies modificadas.

2. Procedimento experimental

Amostras de aço 316L, polidas até a condição especular, foram nitretadas em atmosfera de 50 % H₂ e 50% N₂ pelo processo de PIII sob temperatura de ~350 °C. Quatro amostras foram submetidas a TT de 400 °C em tempos distintos sob atmosfera de argônio a pressão atmosférica.

Os difratogramas foram obtidos utilizando a linha de feixe XRD2 do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), com comprimento de onda de 1,7712 Å. Os ensaios de indentação instrumentada foram realizados em um equipamento UNAT (Asmec) pelo processo QCSM, com carga máxima de 300 mN. Este processo fornece valores para dureza e módulo de elasticidade para diferentes profundidades a partir da superfície.

3. Resultados e discussão

Os difratogramas obtidos são apresentados nas Figuras 1 e 2. O deslocamento dos picos de difração da fase S indicam redução no parâmetro de rede, o que se deve à difusão de nitrogênio na matriz. Os perfis de dureza diminuem com o tempo de tratamento térmico, como mostra a Figura 3. De 5 para 20 h de tratamento térmico, as variações foram de ~8,5 GPa para ~7,6 GPa na região mais superficial. O platô nos perfis indica aumento na espessura da camada de ~2,7 µm após 5 h para ~4,1 µm após 20 h, o que corrobora à hipótese da difusão do nitrogênio da fase S no substrato. Não foi observada a precipitação de nitretos de cromo, embora alguns autores relatem a presença de precipitados nanométricos, um pouco antes do surgimento dos picos de CrN. Como não há evidências, sua resistência à corrosão não deve ter sofrido alteração. Foi observada a existência de óxidos nas amostras, que podem ter surgido devido a problemas na vedação do gás no sistema de tratamento térmico.

* Autor correspondente. E-mail: guimvaladao@yahoo.com.br

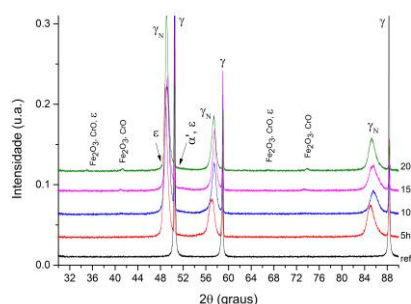


Figura 1. Difratomogramas obtidos para todas as amostras após tratamentos térmicos. A amostra *ref* foi tratada por 10 h em 320 °C, enquanto as demais amostras foram tratadas em 400 °C em tempos distintos, indicados no gráfico. $\epsilon = \text{Fe}_{2-3}\text{N}$, γ = austenita, γ_N = austenita expandida, α' = martensita.

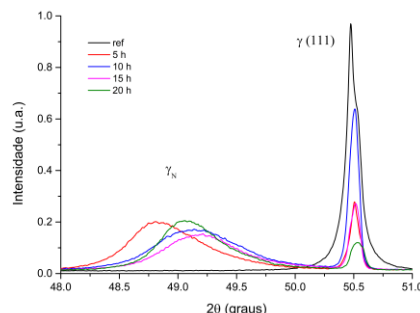


Figura 2. Região referente ao plano (111) da austenita, mostrando a mudança da posição da austenita expandida.

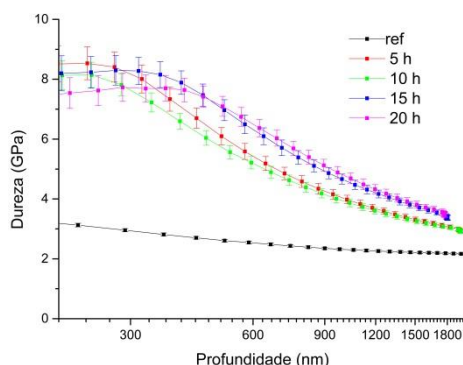


Figura 3. Perfil de dureza em função da profundidade para o aço AISI 316L nitretado, após tratamentos térmicos a 400 °C nos tempos indicados.

4. Conclusões

O aquecimento do aço inoxidável AISI 316L por até 20 h produz alterações na camada nitretada contendo a fase S. Ocorre difusão do nitrogênio no substrato, resultando em uma camada com menor concentração de nitrogênio, mas de maior espessura.

5. Referências

- [1] K. H. Lo, C. H. Shek, J. K. L. Lai, Materials science and engineering R. 65 (2009) 39-104.
- [2] H. Dong, Int. Mat. Rev. 55 n. 2 (2010) 65-98.
- [3] J. C. M. Farrar, The alloy tree: A guide to low-alloy steels, stainless steels and nickel-base alloys, Woodhead publishing, Cambridge, 2004.
- [4] X. Y. Li, Y. Sun, T. Bell, Z. Metallkd. 90 (1999) 901–907.
- [5] A.P.Tschitschin, A.S.Nishikawa, L. B. Varela, C. E. Pinedo, Thin Solid Films, 644 (2017) 156–165.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron pelas análises de DRX (proposta 20170620) e ao C-LABMU pelos ensaios de nanoindentação.

* Autor correspondente. E-mail: guimvaladao@yahoo.com.br



Influência da potência de plasma nas características da superfície nitretada a baixa temperatura do aço inoxidável AISI 420 recozido

Igor Giacomelli Zanella^{1}, Silvio Francisco Brunatto¹, Rodrigo Perito Cardoso¹*

¹ *Universidade Federal do Paraná - UFPR, 81.530-000, Curitiba, PR, Brasil*

1. Introdução

Com o passar dos anos, e a busca por tecnologias para sanar problemas encontrados na indústria, os tratamentos termoquímicos assistidos por plasma estão ganhando cada vez mais espaço na indústria e na área acadêmica, podendo ser aplicados em uma grande variedade de materiais. Tratamentos como nitretação, cementação ou nitrocementação por plasma, proporcionam mudanças nas características da superfície do material melhorando o desempenho de componentes. Estudos conduzidos por [1] mostram que a aplicação do tratamento térmico prévio pode influenciar o tratamento de nitretação nas amostras do aço inoxidável martensítico AISI 420, sendo os melhores resultados obtidos para amostras que passaram por tratamento de têmpera, por apresentar maior densidade de caminhos de alta difusividades (defeitos, por exemplo). Os parâmetros de plasma também têm um papel importante nesses tratamentos. Estudos que usam plasma para alterar as propriedades da superfície (resistência à corrosão e resistência ao desgaste) dos aços inoxidáveis martensíticos geralmente aplicam um sistema de tratamento onde a temperatura de tratamento é dependente apenas da energia fornecida pela fonte que gera o plasma. Neste trabalho, um aparelho que permite controlar a temperatura de tratamento através de um sistema de aquecimento auxiliar foi utilizado para estudar a influência da potência média do plasma (equivalente à t_{ON}) na nitretação a baixa temperatura do aço inoxidável martensítico AISI 420. Ao contrário do observado em [1] neste trabalho pode-se observar que reduzindo o t_{ON} , foram obtidos resultados interessantes, ao menos do ponto de vista científico, mesmo em amostras recozidas.

2. Procedimento experimental

O sistema experimental utilizado neste trabalho é o mesmo utilizado por [2], entretanto, para esta pesquisa foi instalado um sistema de aquecimento auxiliar, acoplado entorno do porta amostra, permitindo controlar a temperatura de tratamento independentemente da potência do plasma (t_{ON}). As amostras de aços inoxidáveis martensíticos AISI 420 foram tratadas na condição de fornecido (estado recozido). A fonte de alimentação pulsada aplicada para gerar o plasma tem uma frequência de 4,2 kHz e a potência média transferida para o plasma é controlada ajustando o tempo de pulso ligado (t_{ON}). A nitretação por plasma foi realizada na temperatura de 300° C, em uma pressão de 3 Torr, o tempo de tratamento foi fixado em 8 horas com mistura gasosa composta por 70% de N_2 + 20% de H_2 + 10% de Ar. Para avaliar a influência da potência de plasma, foram utilizados tempos de pulso ligado (t_{ON}) diferentes, foram realizados tratamentos com t_{ON} de 10, 20 e 24 μs , sendo esta última condição, um tratamento utilizando somente plasma (sem utilização de aquecimento auxiliar). As amostras nitretadas foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), microscopia ótica e medidas de microdureza.

3. Resultados e discussão

As figuras 1 e 2 mostram respectivamente a microestrutura da seção transversal das amostras tratadas e seus padrões de DRX. Pode-se observar que alteração na microestrutura é observada

*e-mail: igor.zanella@ufpr.br



unicamente para a mostra tratada somente com plasma (figura 1 – D), observa-se agulhas de nitretos de ferro, comprovado pelos resultados de DRX. Em relação as análises das difrações de raios X (figura 2), pode-se observar que houve a formação de nitreto de ferro (ϵ) na superfície da amostra tarada com t_{ON} 24 μ s, não sendo esta fase observada nas outras condições de tratamento (10 e 20 μ s). Pode-se observar ainda que os picos referentes a ferrita expandida pelo nitrogênio α'_N , estão presentes em todas as condições, isso é atribuído ao deslocamento dos picos para ângulos menores que os encontrados no material base (sem tratamento) e pelo alargamento da base dos mesmos. Em relação as durezas realizadas no topo das amostras, observou-se um aumento em relação ao material não tratado (200 HV_{0.3}), conforme o aumento da potência de plasma. As durezas obtidas foram de 220, 265 e 280 HV_{0.3}, respectivamente.

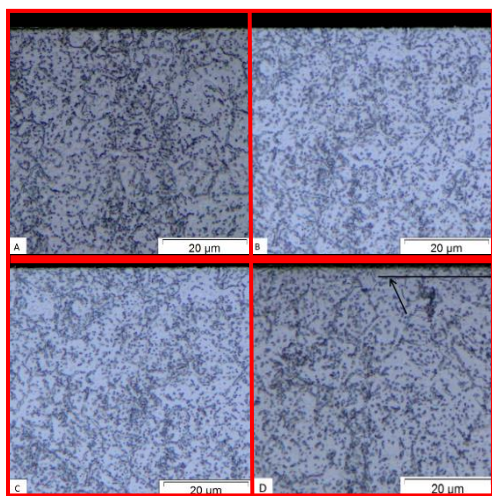


Figura 1. Microestrutura da seção transversal da amostra sem tratamento (A) e das amostras nitretadas com t_{ON} 10 μ s (B), 20 μ s (C) e 24 μ s (D).

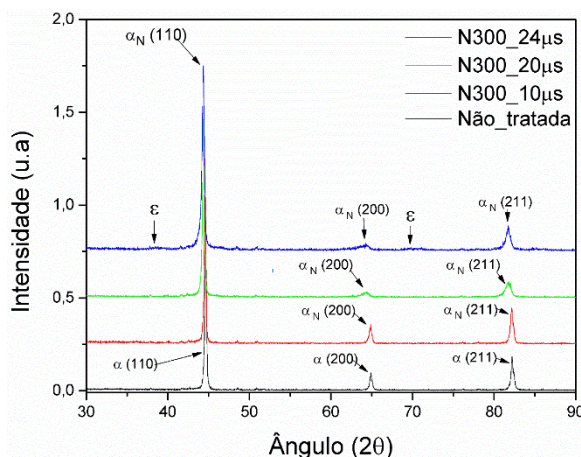


Figura 2. Difratomogramas da amostra sem tratamento (material base) e das amostras nitretadas com diferentes t_{ON} .

4. Conclusões

Pode-se concluir que, controlando a potência de plasma, é possível ter um controle, até certo ponto, das propriedades obtidas e da fração de fases formadas na superfície no material. Observou-se a formação de ferrita expandida na superfície das amostras tratadas com baixa potência de plasma, com propriedades mecânicas interessantes, e potencial para aplicação em outros aços inoxidáveis ferríticos.

5. Referências

- [1] R. P. Cardoso, C. J. Scheuer, and S. F. Brunatto, "Stainless Steel: Low-Temperature Nitriding Kinetics," *Encycl. Iron, Steel, Their Alloy.*, pp. 3283–3293, 2016.
- [2] C. J. Scheuer, R. P. Cardoso, M. Mafra, and S. F. Brunatto, "AISI 420 martensitic stainless steel low-temperature plasma assisted carburizing kinetics," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 214, pp. 30–37, 2013.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a CAPES pelo apoio recebido e ao Laboratório de Óptica e Instrumentação de Raios-X (LORXI), pelas medidas de DRX.



Nitretação por plasma do aço inoxidável super duplex SAF 2507: influência da temperatura de tratamento

João Felipe V. Lima*, Sílvio F. Brunatto, Rodrigo P. Cardoso.

Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalúrgia do Pó, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, 81531-990, Curitiba, PR, Brasil.

1. Introdução

Um dos principais grupos de aços inoxidáveis para a indústria química e petroquímica é o grupo dos aços inoxidáveis duplex (ferrítico-austenítico), que foi desenvolvido na busca de um aço com maior resistência mecânica e maior resistência à corrosão, quando comparados aos outros aços inoxidáveis. No entanto, sua baixa resistência ao desgaste torna esses materiais pouco atraentes para algumas aplicações. Assim, buscando contornar esta limitação, o tratamento termoquímico de nitretação por plasma a baixa temperatura torna-se uma alternativa viável e interessante. Neste contexto, este trabalho teve como objetivo estudar a influência da temperatura no tratamento de nitretação por plasma do aço super duplex SAF 2507, buscando a melhor condição de tratamento evitando precipitação de nitretos ao mesmo tempo que garantindo um bom aumento de dureza da superfície nitretada. Especial atenção foi dada à microestrutura (espessura e fases formada) e dureza da camada tratada

2. Procedimento experimental

Amostras do aço inoxidável super duplex SAF 2507 foram produzidas com 20x20x3 mm. A composição química do material tratado, medida por fluorescência de raios X, foi Cr (25,66%), Ni (6,88%) e Mo (4,10%) (em %peso). Antes do tratamento de nitretação as amostras foram lixadas, polidas e limpas em banho ultrassônico com álcool. Para fins de limpeza final, antes da etapa de nitretação, as amostras foram limpas com plasma em uma mistura gasosa de 80% H₂ + 20% Ar, a 300 °C por 0,5 h. A nitretação a plasma foi realizada utilizando uma composição de mistura gasosa de 70% de N₂ + 20% de H₂ + 10% de Ar. O fluxo total de gás, a pressão e a tensão de pico foram mantidos constantes tanto na limpeza quanto no tratamento de nitretação em, 3,33 x 10⁻⁶ Nm³s⁻¹ (200 sccm), 3 Torr e 700 V, respectivamente. As amostras foram nitretadas a 300, 350, 400 e 450 °C por 4h. Após tratamento as amostras foram caracterizadas por medidas de microdureza utilizando carga de 10 gf, na qual, foram realizadas medidas de dureza nos grãos de austenita expandida formados a partir dos grãos de austenita e ferrita do duplex, na difração de raios X foi analisado um intervalo de varredura entre 30 à 120°, e adotou-se uma velocidade de varredura de 2 θ/min, analisou-se também microscopia ótica e eletrônica de varredura.

3. Resultados e discussão

Na Figuras 1 são apresentados os padrões de DRX das amostras antes e após os tratamentos de nitretação. Os difratogramas mostraram que a aplicação da nitretação por plasma promove a formação da austenita expandida na superfície das amostras tratadas, esta é a única fase observada, indicando que o tratamento do aço inoxidável super duplex resultou em uma camada nitretada monofásica (composta somente pela fase γ_N) e livre de precipitados. Contudo para o tratamento 450°C, existem indícios microestruturais de início de precipitação de nitretos de Cr. Isto está de acordo com o observado por alguns autores [1;2] na nitretação de aços inoxidáveis duplex. A formação desta camada é acompanhada de um importante aumento de dureza da superfície tratada, sendo a maior dureza obtida de $1899 \pm 227,74$ HV_{0,01} para o tratamento de 450°C durante 4h. Partindo-se dos valores das espessuras das camadas tratadas, elaborou-se o gráfico de Arrhenius – Arrhenius Plot (Figura 2). A partir da linearização das curvas de Arrhenius foi calculado energia de ativação, para os grãos da austenita foi de 114,8 kJmol⁻¹ e sobre os grãos de ferrita de 119,8 kJmol⁻¹.

* Autor correspondente. joaofelipe_12@hotmail.com

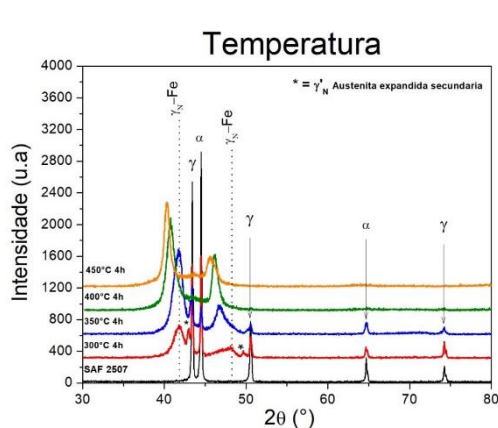


Figura 1. DRX das amostras antes e após nitretação por plasma.

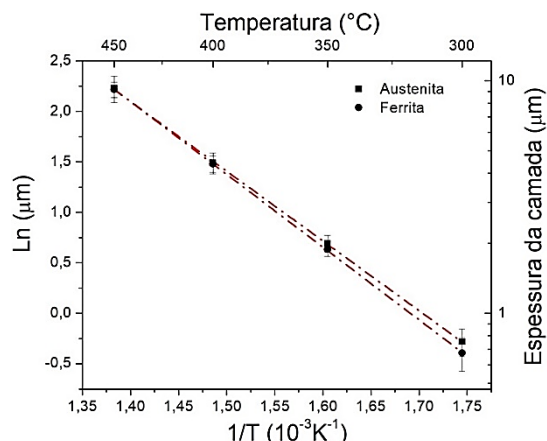


Figura 2. Variação do logaritmo da espessura da camada em função do inverso da temperatura absoluta (Arrhenius plot).

A maior energia de ativação para difusão na ferrita quando comparada a austenita segundo [3], é associada à menor densidade atômica (menor fator de empacotamento atômico – FEA) da célula CCC quando comparada a célula CFC da austenita, mas os valores observados aqui parecem estar mais relacionados com a natureza da camada de austenita expandida formada que com a estrutura do substrato. Geralmente, nos tratamentos de nitretação dos aços uma relação linear é observada para a maioria das temperaturas de tratamentos [4], o que também foi verificada para a condição aqui avaliada. Isto, segundo os autores citados, confirma o crescimento da camada nitretada é dominada pela difusão do nitrogênio na superfície tratada.

4. Conclusões

A nitretação por plasma revelou através dos padrões de difração de raios X a formação de uma camada tratada composta por dá austenita expandida. Esta camada nitretada apresentou alta resistência mecânica, com dureza de até $1899 \pm 227,74 \text{ HV}_{0,01}$. Através das curvas de Arrhenius que define todo processo controlado por difusão o \ln da espessura da camada cresce linearmente com o inverso da temperatura, essa dedução foi verificada para a curva aqui apresentada mostrando que a cinética do crescimento da camada nitretada é controlado por difusão. Através das imagens transversais da camada nitretada da amostra tratada a 450°C por 4h, temo indícios de precipitação de nitretos, entretanto, na análise de DRX não pode-se concluir essa formação.

5. Referências

- [1] BIELAWSKI J., BARANOWSKA J., Microstructure and properties of layers on chromium steel, Surf. Coat. Technol. Vol. 200, Pag. 6572-6577, 2006.
- [2] BLAWERT C., MORDIKE B.L., JIRÁSKOVA Y., SCHNEEWEISS O., Structure and composition of expanded austenite produced by nitrogen plasma immersion ion implantation of stainless steels X6CrNiTi1810 and X2CrNiMoN2253. Surf. Coat. Technol. Vol.116-119, pag. 189-198, 1999.
- [3] BOBADILLA, M.; TSCHIPTSCHIN, A. On the Nitrogen Diffusion in a Duplex Stainless Steel. Vol. 18, Pag. 390–394, 2015.
- [4] CARDOSO, R.P.; SCHEUER, C.J.; BRUNATTO, S.F. Low-Temperature Nitriding Kinetics of Stainless Steel: Effect of Prior Heat Treatment. Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys. 2016, v. 1-5, p. 3283-3293.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a CAPES ao CNPQ e à Fundação Araucária pelo apoio recebido, ao Laboratório de Óptica e Instrumentação de Raios X (LORXI) e ao Centro de microscopia da UFPR.



Avaliação da nitretação a plasma a baixas temperaturas na rugosidade e resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S32205

Jomar J. K. Ribeiro*, Yamid E. Nuñez, Oriana Palma, Paulo C. Borges
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 81280-340, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

Na nitretação a plasma em aços inoxidáveis recomenda-se trabalhar em baixas temperaturas para evitar a formação de precipitados de nitretos de cromo que podem reduzir a resistência à corrosão [1]. Além disso, estudos enfatizam que a nitretação sob estas condições, aumentam o desempenho tribológico dos aços, pois podem produzir uma fase denominada de austenita expandida que apresenta maior dureza superficial sem prejuízo na resistência à corrosão [2]. Esta temática vem sendo objeto de estudo nos aços inoxidáveis duplex, porém poucos trabalhos analisam o efeito do tratamento na rugosidade das amostras e na sua relação com o desempenho em corrosão [2-5]. Deste modo, o objetivo do trabalho consiste no estudo do efeito da nitretação e orientação dos grãos na rugosidade e resistência à corrosão do aço duplex UNS S32205.

2. Procedimento experimental

Foram cortadas peças retangulares de aço inoxidável duplex UNS S32205 com orientação dos grãos longitudinal (N1) e transversal (N2), em seguida foram lixadas até lixa P600. O tratamento de nitretação por plasma pulsado foi realizado dentro de um reator de parede fria no LabPlasma (UTFPR). Iniciou-se com um estágio de limpeza (*sputtering*) a 300°C com uma mistura de gases de 75% H₂ e 25% Ar durante 20 minutos. Na sequência, aumentou-se a temperatura até 380°C, logo foi substituído o argônio por um equivalente em nitrogênio (25% de N₂) mantendo esses parâmetros durante de 10 h, com pressão e tensão de 3 Torr e 600 V.

Realizou-se nas amostras a preparação metalográfica e ataques em solução eletrolítica de ácido oxálico 10 %, sendo posteriormente analisadas por microscopia óptica (MO). Foi avaliada a rugosidade através de um perfilômetro 2D, utilizando um *cut-off* de 0,25 mm. Para as análises de resistência à corrosão, foram realizados ensaios de polarização cíclica em solução de NaCl 3,5%, utilizando como eletrodo de referência Ag/AgCl, varredura de potenciais no sentido anódico desde -0,3 V e revertendo em 1,5 V, velocidade de 1 mV/s e tempo de estabilização (OCP) de 30 min.

3. Resultados e discussão

Na Figura 1 e 2 são apresentadas as micrografias obtidas das amostras N1 e N2, respectivamente. Ambas as peças revelam a formação de uma fina camada bem definida e destacada em relação a matriz ferrítica-austenítica com uma espessura média de 4,5 µm. Resultado similar (espessura de 3,0 µm) foi obtido nas pesquisas desenvolvidas por Núñez [6] em aço 2205, nitretado nas condições de 380 °C, 10 horas e mistura de 25% N₂ e 75% H₂.

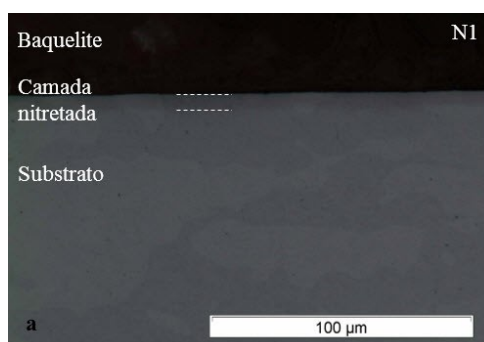


Figura 1. Micrografia da amostra N1 Longitudinal **Figura 2.** Micrografia da amostra N2 Transversal.

* Autor correspondente. E-mail: jomarribeiro@alunos.utfpr.edu.br



Foi observado o aumento da rugosidade nas amostras após o tratamento, comportamento também evidenciado em outros trabalhos [3-5], que pode ser atribuído ao bombardeamento iônico durante o procedimento de *sputtering* e nitretação [7]. As amostras nitretadas apresentaram valores do parâmetro Ra ($N1 = 0,091 \pm 0,003 \mu\text{m}$ e $N2 = 0,090 \pm 0,001 \mu\text{m}$) aproximadamente quatro vezes maiores que a amostra no estado de fornecimento ($Ra = 0,025 \pm 0,001 \mu\text{m}$). Para a análise da orientação dos grãos, o tratamento não modificou a rugosidade das amostras nas duas condições, inferindo ainda a uniformidade da nitretação.

As curvas de polarização cíclica para o aço nitretado não apresentaram diferenças nas duas orientações dos grãos avaliadas (N1 comparado com N2). Na Figura 3, foram apresentados os resultados para as amostras no estado de fornecimento (EF) e nitretada. Foi observado que as curvas do aço no EF possuem um potencial de corrosão mais nobre e menor corrente de passivação em comparação as amostras nitretadas, o que representa uma melhor resistência à corrosão generalizada no fornecimento. Enquanto na corrosão localizada, as amostras nitretadas tiveram um melhor desempenho pois apresentaram maior potencial de nucleação de pites, menor área da região de histerese e maior potencial de repassivação. Resultados similares foram obtidos por outros autores [1, 6, 8, 9].

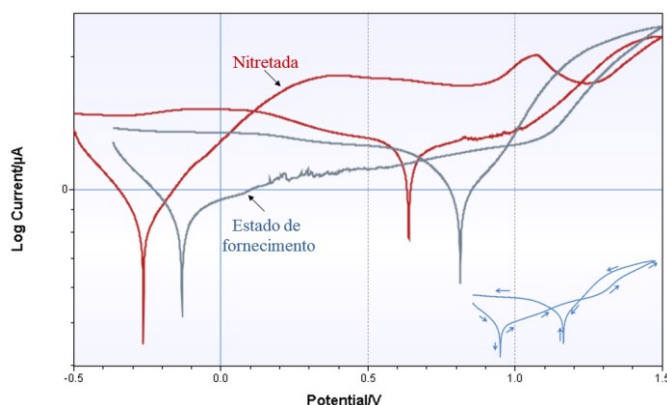


Figura 3. Curva de polarização cíclica em estado de fornecimento e nitretado.

4. Conclusões

As duas orientações dos grãos analisadas não produziram diferenças significativas nos valores de rugosidade, espessura de camada nem no comportamento à corrosão após nitretação. O tratamento produz uma camada de espessura de $4,5 \mu\text{m}$ e uma superfície quatro vezes mais rugosa, além de melhorar a resistência à corrosão localizada e repassivação, comparado com o estado de fornecimento.

5. Referências

1. L. H. Chiu, Y. Y. Su, F. S. Chen, and H. Chang, Mater. Manuf. Process. 25, 316 (2010).
2. W. R. De Oliveira, B. C. E. S. Kurelo, D. G. Ditzel, et. al, Appl. Surf. Sci. 434, 1161 (2018).
3. S. P. Brühl and A. Cabo, Ind. Lubr. Tribol. 68, 12 (2016).
4. F. Borgioli, E. Galvanetto, and T. Bacci, Mater. Charact. 95, 278 (2014).
5. J. Alphonsa, V. S. Raja, and S. Mukherjee, Corrosion Sci. (2015).
6. Y. Núñez, Resistência Ao Desgaste, Corrosão e Sinergia Do Aço Duplex UNS S32205 Com e Sem Nitretação a Plasma Em Baixa Temperatura, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2018.
7. D. Marton and J. Fine, Thin Solid Films 151, 433 (1987).
8. X. Li, W. Dou, L. Tian, and H. Dong, Lubricants 6, 93 (2018).
9. K. Nagatsuka, A. Nishimoto, and K. Akamatsu, Surf. Coatings Technol. 205, S295 (2010).

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da CAPES e ao Programa PPGEM da UTFPR.

* Autor correspondente. E-mail: jomarribeiro@alunos.utfpr.edu.br



Influência do tempo de pulso no tratamento termoquímico de cementação assistida por plasma do aço inoxidável martensítico AISI410.

Laércio Malfatti, Sílvio F. Brunatto, Rodrigo P. Cardoso*

Universidade Federal do Paraná, 81531-980, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

Tratamentos termoquímicos à baixa temperatura assistidos por plasma são usados para aumentar a dureza superficial de aços inoxidáveis, sem comprometer sua resistência à corrosão. Entre esses tratamentos encontra-se a cementação, que apresenta resultados interessantes para melhoria do comportamento tribológico da superfície tratada em aços inoxidáveis martensíticos [1].

De acordo com [2], tensão e tempo de pulso (t_{ON}), pressão, composição da mistura gasosa e fluxo da mistura gasosa são parâmetros de processo que afetam o plasma e, consequentemente, o processo de cementação por plasma dos aços.

O tempo de pulso corresponde ao tempo em que o plasma permanece ligado (t_{ON}). Consequentemente, é durante este período que as espécies ativas são criadas (espécies precursoras do carbono, no caso da cementação). Havendo controle de temperatura independente do t_{ON} , pode-se definir o t_{ON} e manter-se a temperatura de tratamento utilizando um sistema auxiliar de aquecimento. Quanto maior for o t_{ON} , maior será a disponibilidade de espécies ativas na superfície a ser tratada. Com isto, o potencial químico do carbono na superfície a ser tratada se torna mais elevado com o aumento do t_{ON} e o aparecimento indesejado de fuligem pode ocorrer para potenciais muito elevados de carbono, interferindo no processo de transporte de átomos de carbono do plasma para o substrato. Assim, neste trabalho pretende-se avaliar a influência do tempo de pulso do plasma (t_{ON}) nas características da superfície cementada. Para isto, foi escolhido o aço inoxidável martensítico AISI 410.

2. Procedimento experimental

Foram utilizadas amostras do aço inoxidável martensítico AISI 410 (% em massa de C=0,102, Cr=12,01 e Ni=0,34) no estado temperado.

O procedimento experimental foi o mesmo descrito em [3] até o aquecimento das amostras a 300 °C para limpeza, cuja composição da mistura gasosa foi 80% H₂ + 20% Ar. A partir deste ponto, a temperatura das amostras foi elevada até a temperatura de tratamento (450 °C) mediante o sistema de aquecimento auxiliar, sendo o t_{ON} fixado para cada tratamento. O tratamento ocorreu com uma mistura gasosa de 99,5% (80% H₂ + 20% Ar) + 0,5% CH₄. Durante a limpeza e o tratamento de cementação, a pressão da câmara de vácuo foi mantida em 3 Torr (400 Pa), o fluxo de gás foi de 200 cm³min⁻¹ (3,33x10⁻⁶ m³s⁻¹) e a tensão de pico aplicada foi de 700 V. Foram realizados tratamentos com t_{ON} 10 µs, 20 µs e 30 µs. O tempo de tratamento foi de 12 h para todas as condições.

Após tratadas, as amostras foram caracterizadas por difratometria de raios X (DRX - utilizando radiação CuK α , com comprimento de onda $\lambda = 1,5406$ Å), medidas de dureza da superfície tratada com o uso de microdurômetro com indentador Vickers, para várias cargas, e medidas do perfil de dureza com o uso de microdurômetro com indentador Knoop para a carga de 0,01 kgf.

3. Resultados e discussão

Na Figura 1 são apresentados os padrões de DRX para as diferentes condições estudadas e de uma amostra não tratada. Verifica-se que os picos referentes às condições temperada e cementada com t_{ON} 10 µs estão próximos, mas com pequeno afastamento do pico relativo à condição cementada com t_{ON} 10 µs para um ângulo menor. Este afastamento indica uma expansão do parâmetro de rede da martensita em relação à condição temperada.

Para as amostras cementadas com t_{ON} 20 µs e 30 µs, os picos apresentam-se mais afastados da condição não tratada. Há clara indicação de maior expansão do parâmetro de rede da martensita

* laercio.malfatti@ufpr.br



para o t_{ON} 20 μs em relação ao t_{ON} 30 μs . Por outro lado, estas condições apresentam menor expansão relativa ao pico da amostra tratada com t_{ON} 10 μs .

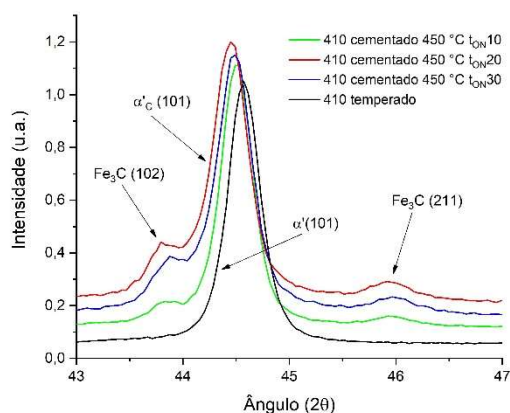


Figura 1. Padrão de DRX (entre 43° e 47°) do AISI 410 nas condições temperada e cementada a 450 °C com t_{ON} 10, 20 e 30 μs .

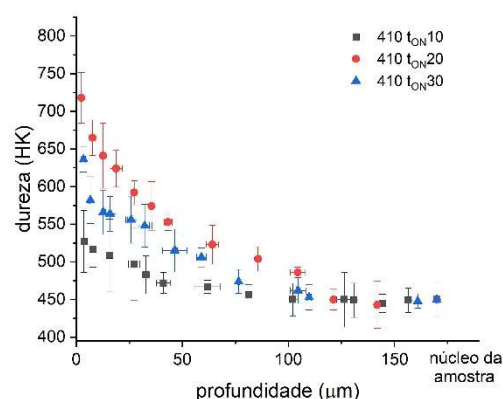


Figura 2. Perfil de dureza Knoop (HK) do AISI 410 na condição cementada a 450 °C com t_{ON} 10, 20 e 30 μs , a partir da superfície tratada em direção ao núcleo da amostra. Carga de 0,01 kgf.

O perfil de dureza apresentado na Figura 2 sustenta a observação de que houve endurecimento da condição cementada com t_{ON} 10 em relação à condição temperada. Para as amostras cementadas com t_{ON} 20 μs e 30 μs , os perfis de dureza são coerentes com os correspondentes padrões de DRX (Figura 1) e dureza da superfície tratada (não apresentados aqui). Há um significativo aumento do perfil de dureza para as amostras cementadas com t_{ON} 20 μs e 30 μs em relação ao caso com t_{ON} 10 μs , porém muito próximos entre si.

Todos os resultados sugerem que a melhor condição de cementação, dentre as estudadas, seria aquela com t_{ON} 20 μs . Uma possível explicação para isso seria que a maior reatividade do plasma, no caso dos tratamentos com t_{ON} 30 μs , favorece a formação de fuligem, o que foi observado durante os experimentos. No caso da formação de uma camada de fuligem, esta age como uma barreira para o transporte de átomos de carbono para a superfície da amostra durante o tratamento.

4. Conclusões

Todos os tratamentos estudados ocasionaram expansão do parâmetro de rede da martensita e, consequentemente, endurecimento da superfície tratada, com perfil suave de dureza da superfície para o núcleo da amostra, sendo os maiores incrementos de dureza observados para as amostras cementadas com t_{ON} 20 μs , sugerindo que o potencial químico excessivo de carbono é prejudicial para o tratamento de cementação por plasma.

5. Referências

- [1] V. Angelini et al., Dry Sliding Behavior (Block-on-Ring Tests) of AISI 420 Martensitic Stainless Steel, Surface Hardened by Low Temperature Plasma-Assisted Carburizing, Tribology International 103 (2016): 555–65.
- [2] S. Brunatto, R. Cardoso, C. Scheuer, Martensitic Stainless Steel: Direct Current Low-Temperature Plasma Carburizing, Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys, ed. Taylor & Francis Group, CRC Press, New York, 2016, 2153–68
- [3] C. Scheuer, R. Cardoso, S. Brunatto, Low-Temperature Plasma Assisted Thermochemical Treatments of AISI 420 Steel: Comparative Study of Obtained Layers. Materials Research 18 (6) (2015) 1392–99.



Caracterização por DRX do aço CA6-NM tratado termicamente e nitretado por plasma a baixa temperatura

Leonardo L. Santos, Rodrigo P. Cardoso, Sílvio F. Brunatto.*

Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalúrgia do Pó, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, 81531-990, Curitiba, PR, Brasil.

1. Introdução

O aço inoxidável martensítico CA-6NM, devido às suas excelentes propriedades mecânicas de resistência à deformação, resistência à erosão por cavitação e tenacidade, é utilizado na fabricação de componentes de grandes seções como: bombas, compressores, rotores de turbinas hidráulicas [1]. Essas propriedades são obtidas pelo adequado emprego de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, com o objetivo de proporcionar a formação de austenita (γ) finamente distribuída ao longo dos contornos das “*ripas*” da matriz martensítica (α') [2]. No entanto, para diversas aplicações, tem-se a necessidade de melhorar as propriedades de superfície deste aço. A nitretação por plasma tem sido utilizada com êxito para este fim [3].

Neste trabalho será estudado o efeito do revenimento na formação da austenita na microestrutura do aço, bem como sua influência na nitretação por plasma, com especial interesse na formação de fases expandidas (γ_N e α'_N) e nitretos de ferro (ϵ).

2. Procedimento experimental

O aço estudado apresenta a seguinte composição química, em % de peso (Wt): 0,025 % C, 0,91 % Mn, 0,508 % Si, 12,51 % Cr, 3,9 % Ni, 0,459 % Mo, 0,024 % P, 0,02 % S e Fe em balanço.

As amostras foram austenitizadas a 1000 °C por 0,5 h e, em seguida, resfriadas ao ar. Após processo de têmpera parte das amostras foi submetida ao revenimento, na temperatura de 620 °C por 40 h. Posteriormente, as amostras foram nitretadas por plasma a 350 °C durante 24 h sob mistura gasosa de 5 % N_2 + 95 % H_2 , fluxo gasoso de 300 sccm (*standard centimeter cubic per minute*) e pressão de trabalho de 3 Torr. Após efetuados os tratamentos térmico e termoquímico, as amostras foram caracterizadas pelas técnicas de difratometria de raios X (DRX) utilizando um difratômetro Shimadzu XRD7000 com radiação Cu-K α no intervalo de 40-52°, passo de 0,02° e velocidade de varredura de 0,10°/min, e microdurezas de topo no equipamento Shimadzu modelo HMV-2TE aplicando carga de 500 g (0,5 HV) nas condições tratadas termicamente, e carga de 25 g (0,025 HV) após realizado a nitretação por plasma.

3. Resultados e discussão

Nas Figuras 1 e 2 são apresentados os padrões de DRX das amostras não revenidas e revenidas antes e após nitretação por plasma. Os resultados confirmam a existência das fases austenita e martensita, de acordo com as cartas de identificação JCPDS 33-397 e 34-396, respectivamente. Também foi verificado a possível presença do carboneto MoC após processo de têmpera e de revenimento, de acordo com a carta JCPDS 03-065-3558.

Considerando apenas o tratamento térmico, é possível observar na Figura 1 apenas a presença da fase martensita, o que está de acordo com [4]. Na Figura 2 observa-se a transformação de fase da martensita para austenita durante o revenimento, também relatado por [5], que se deve ao fenômeno de partição do níquel proporcionando a nucleação e crescimento da *austenita revertida*.

* Autor correspondente. leonardo.luis@ufpr.br

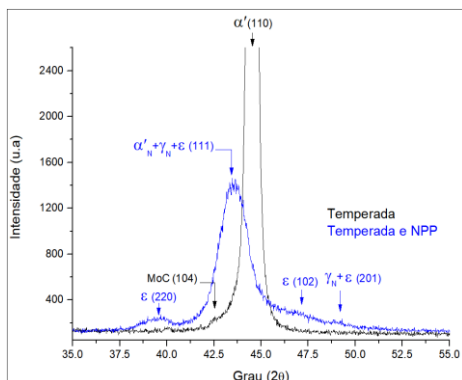


Figura 1. DRX da amostra temperada (não revenida) antes e após nitretação por plasma.

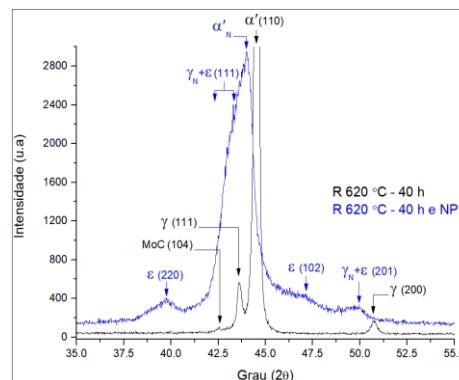


Figura 2. DRX da amostra temperada e revenida antes e após nitretação por plasma.

Com relação ao tratamento de nitretação, nas Figuras 1 e 2, é possível observar as fases expandidas α'_N e γ_N que são caracterizadas pela assimetria, diminuição de intensidade e alargamento dos picos de difração (2θ), observa-se também a formação dos nitretos de ferro (ϵ), de acordo com a carta JCPDS 00-049-1663. Na Figura 1 foi verificado que o processo de nitretação proporcionou a expansão da rede cristalina da martensita e a formação dos nitretos de Fe (ϵ). Também foi observado indício de formação de austenita expandida, devido a presença do pico secundário desta fase em aproximadamente $49,2^\circ$, possivelmente ligada a forte tendência do nitrogênio ter atuado como elemento estabilizador desta fase. Analisando a Figura 2 é possível constatar que, após nitretação, ocorre a formação das fases expandidas (α'_N e γ_N), bem como dos nitretos de Fe (ϵ), no entanto, como a austenita já tinha sido formada previamente durante o revenimento o papel do nitrogênio foi de realizar a expansão da fase, e este efeito fica nítido quando analisado o pico secundário em $\sim 50^\circ$.

4. Conclusões

O tratamento térmico de revenimento levou à formação da fase *austenita revertida*. Nas amostras nitretadas foi verificado a formação da martensita expandida (α'_N) e dos nitretos de ferro (ϵ). Na condição somente temperada foi evidenciada a estabilização da austenita expandida (γ_N), e na amostra temperada e revenida o nitrogênio proporcionou a expansão da fase (γ_N). Assim, pode-se concluir que a condição inicial das amostras (revenidas ou não) tem influência considerável nas fases formadas na camada nitretada.

5. Referências

- [1] Y. Song, X. Li, L. Rong, Y. Li, J. Mater. Sci. Technol., 2010, 26(9), 823-826.
- [2] Z. De-Ning, H. Ying, Z. Wei, F. Xu-Dong, Journal of Iron and Steel Research, International. 2010, 17(8): 50-54.
- [3] A.N. Allenstein, C.M. Lepienski, A.J.A. Buschinelli, S.F. Brunatto, Wear 309 (2014) 159–165.
- [4] J.D. Crawford, Paper presented at the 29th Annual Steel Founders' Society of America. Technical and Operating Conference, 1974.
- [5] Y.Y. Song, X.Y. Li, L.J. Rong, Y.Y. Li, T. Nagai, Materials Chemistry and Physics 143 (2014) 728-734.

Agradecimentos

Este trabalho teve apoio da CAPES, do Programa Interdisciplinar em Engenharia de Petróleo e Gás Natural (PRH-24), do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais (PIPE), e do laboratório de Óptica de Raios X e Instrumentação (LORXI).



Aplicação da técnica de espectroscopia por dispersão em comprimento de onda de raios X (WDS) na microanálise de aço duplex nitretado

Lucas Tomazi Durand¹, Lucas de Souza Gonçalves¹, Carlos Mauricio Lepienski¹, Marcio Mafra¹, Julio Cesar Klein das Neves¹*

¹ *Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 81280-340, Curitiba, PR, Brasil*

1. Introdução

A quantificação de nitrogênio é uma etapa importante em estudos de nitretação. No caso da nitretação de aços duplex, por meio de processos que visem prioritariamente a formação de solução sólida, essa determinação apresenta algumas particularidades. Além da maior concentração de nitrogênio, há a tendência de aumento na fração de austenita (γ) no decorrer do tratamento, devido ao forte efeito estabilizador do elemento nessa fase. A superfície tratada apresentará, portanto, os efeitos do enriquecimento com nitrogênio das fases previamente existentes na estrutura duplex, ou seja, da austenita (γ) e ferrita (α) originais, sendo fundamental o conhecimento de seus teores em cada fase para a compreensão das transformações observadas.

A microanálise de elementos leves enfrenta, no entanto, uma série de limitações [1]. Na espectroscopia por dispersão em energia de raios X (EDS), características construtivas dos detectores que fazem com que parte considerável dos fótons de baixa energia (de elementos leves) seja absorvida pelo próprio detector. Embora mais lentos na geração de resultados, detectores de dispersão em comprimento de onda de raios X (WDS) são bem mais adequados à análise de elementos leves, apresentando melhor sensibilidade para fótons com energia inferior a 1 keV.

Há ainda uma limitação inerente a determinação de nitrogênio que afeta até mesmo o uso combinado das duas técnicas. Energias de feixe tipicamente usadas em análises de metais, como 20 kV, que são altas o suficiente para promover a geração de raios X característicos dos elementos constituintes de um aço inoxidável (majoritariamente Fe, Mn, Cr, Ni e Mo), fazem com que a produção de raios X ocorra a uma profundidade relativamente grande abaixo da superfície do material e, consequentemente, com que os fótons característicos do nitrogênio sejam em grande parte absorvidos pela matriz metálica, dificultando sua detecção. A forma de contornar isso é trabalhar com menores tensões de aceleração, trazendo a geração de raios X para mais próximo da superfície, de forma a reduzir o trajeto de escape dos fótons de nitrogênio. Menores tensões, no entanto, dificultam a detecção de elementos de mais alta energia e, portanto, as necessárias correções relativas a composição da matriz.

Assim sendo, este trabalho apresenta resultados preliminares da microanálise por WDS de amostras do aço super duplex AISI 2507, de modo a diferenciar de modo qualitativo (mapa de composição) e quantitativo (análise pontual) o teor de nitrogênio nas fases presentes.

2. Procedimento experimental

Foram avaliadas amostras do aço super duplex AISI 2507 no estado de fornecimento e nitretada a 350°C/2h em um reator de plasma, com aquecimento auxiliar, usando mistura gasosa de 20% H₂, 70% N₂ e 10% Ar à pressão de 3 Torr (400 Pa) [2].

As amostras foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Carl Zeiss EVO MA 15 equipado com detectores EDS X-Max de 20mm² e WDS IncaWave 500, ambos da Oxford Instruments. Mapas de composição visaram avaliar qualitativamente o teor de nitrogênio. A análise quantitativa baseou-se na obtenção de uma curva de calibração, construída a partir de amostras de aços inoxidáveis com teores conhecidos de nitrogênio, a saber: 0,012%N, 0,168%N e 0,246%N, em solução sólida, e de um nitreto de ferro com 9,58%N (valores em massa). Com a tensão em 5 kV e a corrente de feixe ajustada e determinada com auxílio de um *Faraday cup* é

* Autor correspondente. E-mail: lucastdurand@gmail.com



medida a contagem/tempo com o detector estacionado na posição relativa ao comprimento de onda central do pico de nitrogênio, para cada concentração conhecida. Os valores obtidos são normalizados pela corrente do feixe. Medidas similares são feitas à esquerda e direita do pico para determinação do background, que deve ser descontado da altura do pico. Com a curva de calibração pronta, mede-se então contagens/s.nA na amostra em que se quer determinar o %N.

3. Resultados e discussão

Nos mapas da Figura 1 as diferenças de contraste entre zonas escuras (α - pobre em N) e as mais claras (γ - rica em N) evidenciam a maior sensibilidade da técnica WDS. Na Figura 2, diferenças de intensidade no mapa de N (setas) revelam a sensibilidade do processo à orientação cristalográfica. Os % N medidos estão indicadas sobre as fases.

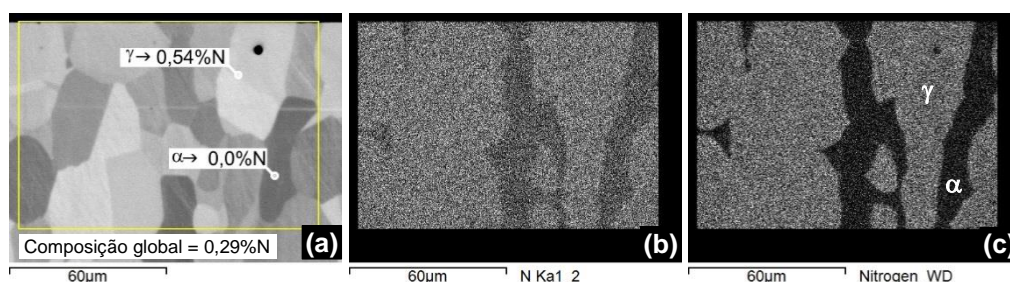


Figura 1. Aço AISI 2507 no estado de fornecimento: (a) imagem de elétrons retroespalhados e mapas de N na área indicada obtidos com detector (b) EDS e (c) WDS.

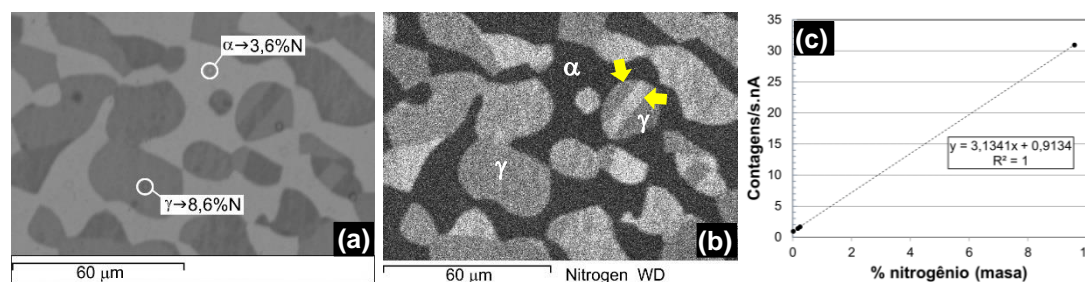


Figura 2. Vista de topo do aço AISI 2507 nitretado à 350°/2h: (a) imagem de elétrons retroespalhados, (b) [2] mapa de N obtido por WDS e (c) curva de calibração típica usada na quantificação de N.

4. Conclusões

As microanálises utilizando o detector WDS, com o microscópio operando na tensão de aceleração de 5 kV, mostraram sensibilidade adequada para medidas tanto em baixas quanto em altas concentrações de nitrogênio, o que deve ser fundamental para a compreensão da evolução do processo de nitretação do aço duplex AISI 2507.

5. Referências

- [1] J.I. Goldstein, D.E. Newbury, D.C. Joy, C.E. Lyman, P. Echlin, E. Lifshin, L. Sawyer, J.R. Michael, Scanning Electron Microscopy and Microanalysis, 3ª ed., Springer, New York, 2003.
- [2] Durand, L.T. et al. Transformation of austenite and ferrite during low temperature plasma nitriding of duplex stainless steel. In: XXXIX CBrAVIC, 2018, Joinville-SC. **Anais do XXXIX CBrAVIC**, Joinville-SC: [s.n.], 2018. p. 239. Disponível em: <https://www.dropbox.com/s/ayb1bdytpvsas0u/Anais.pdf?dl=0>. Acesso em: 30 jan. 2019.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e à Fundação Araucária de Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico do Estado do Paraná pelo suporte financeiro ao projeto NESAP e ao Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM) da UTFPR, pelas microanálises.



Avaliação da nitretação na formação das fases cristalinas e na dureza no aço inoxidável duplex UNS S32205

Oriana Palma, Jomar J. K. Ribeiro, Yamid E. Nuñez, Paulo C. Borges*

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 81280-340, Curitiba, Paraná, Brasil

1. Introdução

Em determinadas aplicações na indústria os aços inoxidáveis duplex possuem desempenho tribológico inadequado devido à pouca resistência ao desgaste, que são comumente remediadas por meio do emprego do tratamento termoquímico de nitretação a plasma [1–3]. Nesse contexto, torna-se necessário avaliar os diversos fatores que podem influenciar nos resultados do processo de nitretação, dentre eles, a orientação dos grãos da superfície nitretada. Somente um trabalho aborda esse tema [1], porém não foi encontrado estudos que comparem este efeito. O objetivo do presente trabalho foi determinar o efeito da orientação dos grãos nas fases formadas e dureza da camada nitretada.

2. Procedimento experimental

Nas peças em estado de fornecimento (EF) do aço inoxidável duplex UNS S32205, foram realizados cortes com o objetivo de obter a orientação dos grãos no sentido longitudinal (N1) e transversal (N2). Foram lixadas até lixa 600 e submetidas a limpeza por pulverização catódica no reator de plasma pulsado de parede fria, do LabPlasma (UTFPR) durante 20 minutos com uma mistura 75% H₂ e 25% Ar, na temperatura de 300 °C. Na sequência, as peças foram nitretadas nas condições de 380 °C, e mistura 75% H₂ e 25% N₂ durante 10 h. A pressão e tensão foi sempre mantida em 3 Torr e 600 V.

A dureza foi avaliada em todas as condições (EF, N1 e N2) com um microdurômetro sob a carga de 490 mN (HV_{0.05}) por 10 s, diferenciando as fases austenita e ferrita, reveladas por ataque eletroquímico em ácido oxálico a 10%, com o total de 12 indentações para cada fase. O valor da microdureza foi calculado através da média aritmética das 8 medições, uma vez descartados os valores extremos mínimos e máximos. Com a técnica de difração de raios-X (DRX) foram identificadas as fases cristalinas por meio da comparação com as cartas cristalográficas *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) das fases austenita (γ) (ICDS = 9014056) e ferrita (α) (ICDS = 53802). Foi utilizada radiação Cu-K α , varredura θ -2 θ , variação de 20 a 120° e taxa de 5°/min.

3. Resultados e discussão

Os difratogramas para todas as amostras em estudo estão ilustradas na Figura 1, incluindo os padrões para as fases austenita (γ) e ferrita (α). Nas amostras no EF foram identificadas a presença das fases γ e α . Enquanto para as amostras nas condições nitretadas notou-se a formação de dois novos picos cristalinos relacionados a fase da austenita expandida (γ_N).

Os picos referentes a fase γ_N estão deslocados para menor ângulo, quando comparadas com a fase γ , devido ao aumento do parâmetro de rede principal por consequência da supersaturação de nitrogênio [3–4]. Verificou-se também que o deslocamento é maior para a amostra N1-Longitudinal.

*Autor correspondente. E-mail: calabokis@alunos.utfpr.edu.br

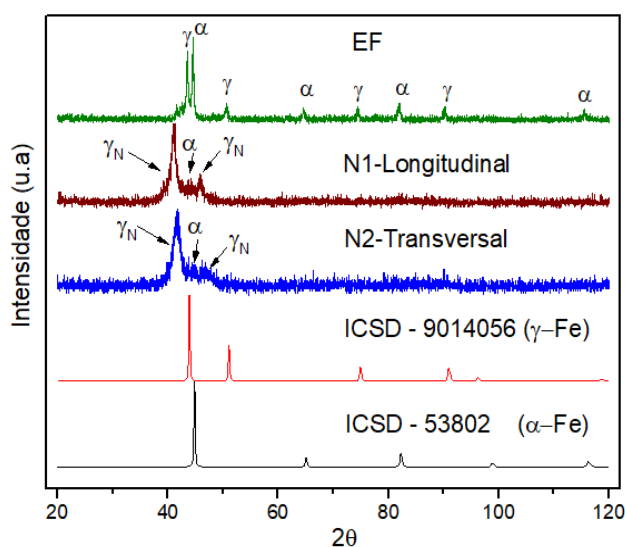


Figura 1. DRX para as amostras nas condições EF, N1 e N2. Além dos picos cristalinos das cartas cristalográficas das fases austenita e ferrita.

Como pode ser observado na Tabela 1, não houve diferença no valor de dureza medido para ambas as fases no estado de fornecimento. Enquanto para as amostras nitretadas (N1 e N2) houve um incremento da dureza em quase 2,5 vezes em relação a amostras no EF, apresentando para todas as condições, a fase austenítica com o maior valor de dureza.

Tabela 1. Valores de dureza ($HV_{0.05}$) das fases γ e α para o aço EF e nitretado (N1 e N2).

	EF	N1	N2
Fase ferrítica	316 ± 14	820 ± 83	820 ± 18
Fase austenítica	306 ± 5	1329 ± 22	862 ± 21

Além disso, para a amostra N1 a fase γ detêm maior valor de dureza em relação à transversal. Foi observado nos difratogramas que o pico cristalino principal da fase γ_N localiza-se em menores valores de ângulo para a condição longitudinal, o que pode estar relacionado com a diferença de dureza quando comparada com a amostra no sentido transversal [1]. Entretanto, na avaliação cristalográfica, podem existir outros parâmetros que podem influenciar nos resultados, como por exemplo o tamanho dos grãos cristalinos, tensões residuais, teor de nitrogênio intersticial, dentre outros. A contribuição da fase γ_N foi também evidenciada no trabalho de Chiu et.al [4] em que foram obtidos melhores desempenhos tribológicos com relação ao desgaste e corrosão, bem como o aumento da dureza.

4. Conclusões

A orientação dos grãos influenciou na dureza das fases após nitretação. Na configuração N1, o incremento na dureza da fase γ foi consideravelmente maior quando comparada com N2, o que pode estar relacionado com o deslocamento do pico da fase γ_N para menores ângulos.

5. Referências

- [1] J. Alphonsa, V. S. Raja, and S. Mukherjee, Corros. Sci. 100, 121 (2015).
- [2]. M. Bobadilla and A. Tschiptschin, Mater. Res. 18, 390 (2015).
- [3]. J. Yan, T. A. N. Gu, S. Qiu, J. U. N. Wang, J. I. Xiong, and H. Fan, Metall. Mater. Trans. B 43, 1461 (2015).
- [4]. L. H. Chiu, Y. Y. Su, F. S. Chen, and H. Chang, Mater. Manuf. Process. 25, 316 (2010).

6. Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da CAPES e ao Programa PPGEM da UTFPR.



ALTERAÇÕES ESTRUTURAIS E MECÂNICAS POR NITRETAÇÃO E CEMENTAÇÃO DO AÇO SUPERAUSTENÍTICO

Rafael F. Chuproski^{1*}, Willian R. de Oliveira¹, Bruna C.E.S. Kurelo¹, Francisco C. Serbena¹,
Rodrigo P. Cardoso², Silvio F. Brunatto² e Gelson B. de Souza¹

¹ *Departamento de Física, Universidade Estadual de Ponta Grossa*

² *Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná*

1. Introdução

As propriedades mecânicas e de corrosão, assim como o comportamento tribológico, de aços austeníticos podem ser aprimorados por processos de modificação de superfície. Dois processos assistidos por plasma à baixa temperatura são a nitretação e a cementação. Nestes tratamentos, nitrogênio e a carbono são introduzidos na superfície. A camada modificada apresenta uma nova fase, com supersaturação colossal dos elementos implantados e dureza elevada, chamada de fase S₁. A fase S_N, obtida pela implantação de nitrogênio, tem como característica ser dura e menos espessa que a fase S_C. A fase advinda de carbono implantado não atinge mesma a concentração alta do nitrogênio, mas por maior difusão, exibe camada mais espessa que a fase S_N.

Em um processo híbrido, onde a atmosfera de implantação contém nitrogênio e carbono, obtém-se uma camada dupla, sendo a porção superior saturada em nitrogênio e a inferior em carbono. A distinção das fases se deve à maior afinidade do nitrogênio com o cromo, de modo que o carbono se difunde pela camada rica em nitrogênio e se aloja abaixo desta[2].

Com o objetivo de analisar as diferenças nas propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas do aço superaustenítico impostas por tratamentos sequenciais de nitretação e cementação, foram escolhidas as variáveis para a implantação do nitrogênio por PI3 (implantação iônica por imersão em plasma), alterando-se a energia por pulso (E_{Pulso}) e a fluência, sob temperatura constante. O tratamento realizado com carbono foi o mesmo em todas as condições.

2. Procedimento experimental

Amostras do aço superaustenítico UNS S31254 foram polidas até a condição especular. A implantação de nitrogênio foi realizada em um sistema PI3 sob pressão de 1,7 Pa em uma atmosfera H₂ – N₂. Para se obter valores variados de energia e fluência, os parâmetros de PI3 foram: 6,5 kV e 1,8 kHz (maior fluência e menor energia); 10,5 kV e 0,67 kHz (menor fluência e maior energia). A cementação foi realizada em um sistema GD (*glow discharge*) com atmosfera de H₂ – Ar – CH₄. A tensão utilizada foi 700 V. Realizou-se três conjuntos de tratamentos: (i) N – nitretação, (ii) N+C – nitretação com cementação posterior, e (iii) C+N – nitretação após a cementação. A temperatura foi 320°C em todos os tratamentos, pelo tempo de 3 h.

As amostras foram caracterizadas por nanoindentação instrumentada, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia Raman e difração de raios X com radiação monocromática Cu K α .

3. Resultados e discussão

Para as condições apenas nitretadas, as espessuras de camada foram 1,4 μm (menor energia por pulso) e 1,9 μm (maior energia por pulso). As duas condições de cementação e nitretação (C+N e N+C) de maior energia apresentam as camadas mais espessas, de ~5 μm .

A figura 1 apresenta os difratogramas das seis condições realizadas. Nas amostras apenas nitretadas, observa-se uma diferença entre os picos da fase expandida. Em 6.5N os picos estão mais à esquerda, em relação a 10.5N. Tal resultado denota maior expansão da rede em 6.5N, que é condizente com a maior fluência desta condição. Observa-se também que em 6.5N, o pico de austenita expandida do plano (111) está sobreposto aos picos de nitretos, o que não é visto em 10.5N. A baixa temperatura de implantação e a alta quantidade de nitrogênio imposto à superfície geram precipitados ϵ e γ' . Por sua vez, a 6.5N+C, em comparação com a 6.5N,

* Autor correspondente. E-mail: rafaelchuproski@gmail.com



apresenta um deslocamento do pico de austenita expandida do plano (111), provavelmente causado pelo tratamento térmico sofrido durante a cementação. Em 10.5N+C observa-se um claro deslocamento do pico para um ângulo menor e este se sobrepõe aos nitretos. Tal resultado evidencia que a camada nitretada foi alterada pela difusão de carbono, causando o decaimento da fase expandida em nitretos. Nesta condição não se observa o pico da fase S_C . Na condição 6.5C+N há presença da fase expandida por carbono.

Todas as condições de tratamento apresentam perfis de dureza superiores à referência. As condições 6.5N, 6.5N+C, 6.5C+N e 10.5C+N apresentaram perfis bem próximos, devido à maior saturação de nitrogênio na camada superior e aos nitretos presentes na superfície. Em 10.5N+C, a entrada do carbono eleva a dureza da camada, o que corrobora com o resultado da alteração da estrutura discutido no difratograma.

A Figura 2 apresenta espectroscopia Raman da condição CEM e 6.5N+C. Estes resultados adicionais indicam que o tratamento na atmosfera rica em carbono produz um filme de carbono amorfo nas superfícies, e sua contribuição nas condições N+C é maior do que naquelas apenas cementadas. Possivelmente, a camada nitretada na N+C atua como barreira à difusão de carbono, enquanto que, nas superfícies C+N, o carbono previamente inserido é deslocado durante a nitretação para regiões mais profundas no substrato.

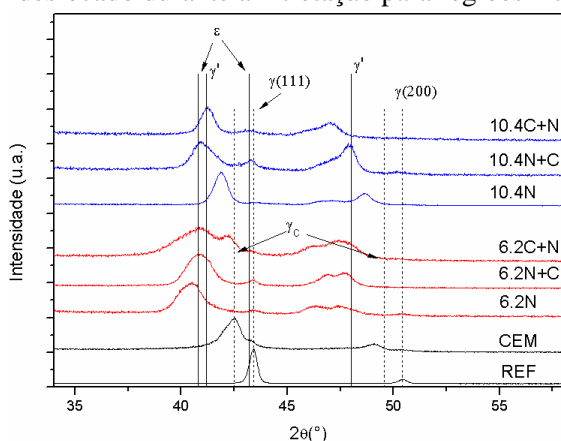


Figura 1. Difratograma com ângulo rasante de 2° (profundidade de análise $\sim 0,1 \mu\text{m}$) das amostras, referência (REF), nitretadas (N), cementadas após nitretação (N+C), e nitretadas após cementação (C+N). $\epsilon = \text{Fe}_{2-3}\text{N}$; $\gamma' = \text{Fe}_4\text{N}$.

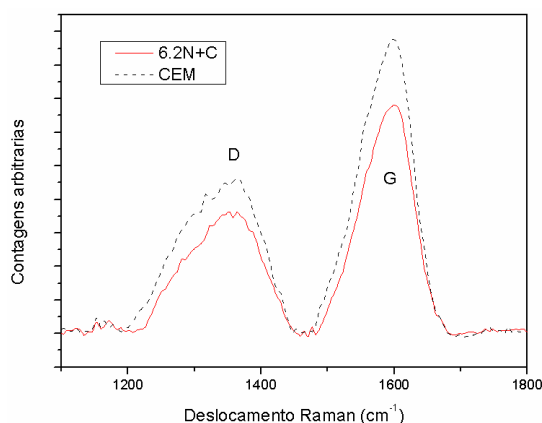


Figura 2. Espectroscopia micro-Raman das condições CEM (cementada apenas) e 6.5N+C. Em ambas as superfícies observam-se picos correspondentes a espalhamentos de estruturas de carbono.

4. Conclusões

- As fases S_N e S_C foram observadas conjuntamente nas condições C+N.
- O aumento na densidade de energia de implantação aumenta a espessura das camadas obtidas, não apenas só na nitretação, mas também quando há cementação prévia ou posterior à ela; a dose retida de nitrogênio apresentou correlação com a fluência iônica.
- A camada nitretada atua como barreira parcial à difusão de carbono na condição N+C;
- Para N+C e C+N, a sequência em que os tratamentos são empregados é determinante nas alterações das propriedades estruturais.

5. Referências

- [1] H. Dong. International Material Reviews. 55 (2010) 65-98.
- [2] C. Blawert et al. Surface and Coating Technology. 128 (2000) 219-225.

Agradecimentos

CAPES (Código de Financiamento 001), C-LABMU/UEPG, CNPq (Processo nº 310819/2015-6) e Fundação Araucária/CNPq (PRONEX 15/2017 – NESAP).



Estudo Comparativo da Aspersão Arco Elétrico e de Alta Velocidade para a Deposição de Revestimentos Resistentes à Cavitação

Rodolpho F. Váz^{1*}, André Chicoski¹, Irene B. A. F. Siqueira¹, Gustavo B. Sucharski², Ramón S. C. Paredes², Anderson G. M. Pukasiewicz³

¹ Lactec, CEP 81210-170, Curitiba, Paraná, Brasil

² Universidade Federal do Paraná, CEP 81530-000, Curitiba, Paraná, Brasil

³ Universidade Tecnológica Federal do Paraná, CEP 84016-210, Ponta Grossa, Paraná, Brasil

1. Introdução

Turbinas hidráulicas são equipamentos sujeitos ao desgaste por cavitação, sendo seu reparo realizado principalmente por soldagem MIG/MAG. Os ciclos térmicos ocasionados pelo aquecimento localizado, aliado à contração do material depositado, resulta em elevadas tensões residuais, as quais favorecem mecanismos de nucleação e crescimento de trincas, ou podendo acelerar o processo de cavitação pelas alterações microestruturais do material soldado [1][2]. Estudos do uso da aspersão térmica para contornar esse problema têm sido realizados [3].

Ligas FeMnCrSi, FeMnCrSiNi+0,5%B e FeMnCrSiNi+1,0%B foram depositadas por duas técnicas de aspersão térmica: ASP (Arc Spray Process) – Figura 1 – e por chama de alta velocidade, HVOF (High Velocity Oxi-Fuel) – Figura 2 –. Em função da velocidade, temperatura e tamanho das partículas, bem como o calor envolvido, as propriedades dos revestimentos são distintas, destacando a maior densidade e resistência, bem como maior custo envolvido, no processo HVOF.

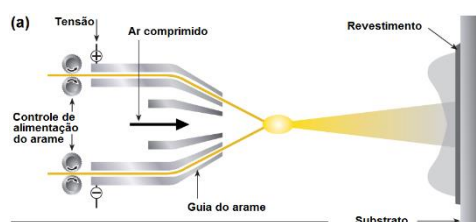


Figura 1. Esquema de funcionamento do processo de aspersão térmica ASP [4].

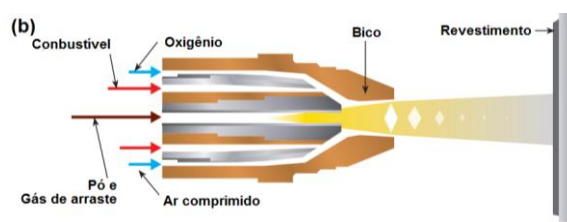


Figura 2. Esquema de funcionamento do processo de aspersão térmica HVOF [4].

O objetivo deste trabalho é comparar os diferentes métodos de aspersão, ASP e HVOF, no que se refere à morfologia dos revestimentos obtidos para ligas experimentais FeMnCrSiNiB.

2. Procedimento experimental

Substrato utilizado foi o SAE 1020, jateado com alumina, com limpeza de superfície grau Sa3 e rugosidade mínima Ra 4,0 μm e Ry 40,0 μm . Para o processo ASP, foi utilizado equipamento Sulzer-Metco 300E – nos laboratórios da UFPR – e para o processo HVOF, equipamento Sulzer-Metco com pistola DJ-2700 – na empresa Revesteel, Pinhais-PR.

Para caracterização, procedeu-se com corte transversal dos revestimentos (Buehler Isomet 4000), embutimento, lixamento e polimento (Buehler Vector). As imagens foram obtidas em microscopia ótica (Olympus BX51M) e microscopia eletrônica de varredura (Tescan Vega 3) – nos laboratórios da UTFPR.

3. Resultados e discussão

É possível observar uma forte redução na quantidade de óxidos com a adição de boro na liga FeMnCrSiNi nos revestimentos ASP, além de diminuição na formação de salpicos – Figura 3 (a-c). Já para os revestimentos HVOF, vê-se baixa incidência de filmes de óxidos interlamelares e poros, características da elevada densidade do revestimento – Figura 3 (d-f). Nos revestimentos ASP, nota-se lamelas mais achatadas, já no HVOF, formam-se lamelas arredondadas e

* Autor correspondente. E-mail: rodolpho@lactec.org.br



revestimento com menor porosidade, devido ao menor aquecimento e maior energia cinética das partículas durante a deposição [4]. A adição de B melhora a molhabilidade das lamelas e porosidade dos revestimentos ASP, mesmo que dentro de níveis aceitáveis, se comparado com outras ligas, como o 309LSi, que apresentou mais de 2,0% de porosidade [3].

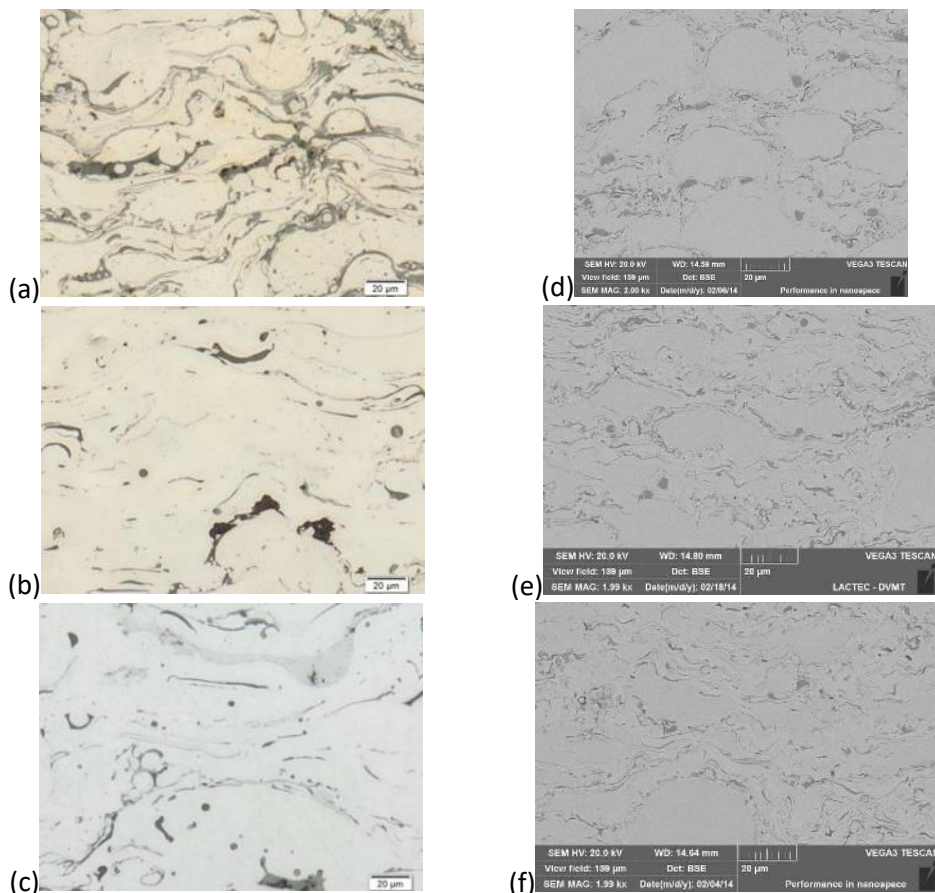


Figura 3. Morfologias dos revestimentos obtidos. (a) ASP FeMnCrSi, (b) ASP FeMnCrSiNi+0,5%B, (c) ASP FeMnCrSiNi+1,0B, (d)HVOF FeMnCrSi, (e) HVOF FeMnCrSiNi+0,5%B, (f) HVOF FeMnCrSiNi+1,0B.

4. Conclusões

As ligas FeMnCrSiNiB depositadas por HVOF apresentaram maior densidade e reduzidos filmes de óxidos, se comparadas com o uso do processo ASP, que apresentou porosidade menor que de outras ligas comerciais depositadas pelo mesmo processo.

Visualmente, o incremento do teor de B aumentou a densidade dos revestimentos depositados por ASP e diminuiu tamanhos de lamelas na deposição por HVOF.

5. Referências

- [1] R. Simoneau, et al. Cavitation Erosion and Deformation Mechanism of Ni and Co Austenitic Stainless Steel. Proceedings of 7th Conference on Erosion by Liquid and Solid Impact, set 1987, Cambridge, Inglaterra.
- [2] Y. Arai, et al. Residual Stress Due to Welding and Its Effect on the Assessment of Cracks Near the Weld Interface. International Journal of Pressure Vessel and Piping, v. 63: p. 237-248. 1995.
- [3] A. G. M. Pukasiewicz, A. R. Capra, R. S. C. Paredes. Cavitation Resistance and Mass Loss Mechanism in Coatings Deposited by Thermal Spraying. Proceedings of the International Thermal Spray Conference 2008, p. 1165-1170, jun 2008, Maastricht, Holanda.
- [4] T. Bernecki. Surface Science. In: Handbook of Thermal Spray Technology, p. 14-32. Materials Park: ASM, 2004.



Nitretação por plasma no campo da austenita metaestável do aço CA-6NM: formação de austenita expandida por nitrogênio em substrato martensítico

Tarciana D. Toscano^{1*}, Rodrigo P. Cardoso¹, Silvio F. Brunatto¹

Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalurgia do Pó, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, 81531, Curitiba, PR, Brasil¹

1. Introdução

A fase austenita expandida por nitrogênio (γ_N) ou fase S tem sido fruto de diversas pesquisas. Esta fase é caracterizada por ser uma fase metaestável supersaturada de nitrogênio em seu reticulado cristalino e é geralmente formada durante a nitretação de aços inoxidáveis austeníticos à baixas temperaturas ($< 400\text{ }^{\circ}\text{C}$) através de seu enriquecimento com nitrogênio [1]. A formação dessa fase pode acarretar ao material incremento na sua dureza superficial [2]. De acordo com o tempo e temperatura de nitretação pode ocorrer a formação de fases expandidas e/ou formação de nitretos de cromo e de nitretos de ferro [2]. Assim sendo, neste trabalho estuda-se o efeito do tratamento de nitretação por plasma no campo da austenita metaestável para aços de elevada temperabilidade, buscando-se formar uma camada de austenita expandida em substrato martensítico. Para tanto, o aço escolhido nesta pesquisa é o aço inoxidável martensítico CA-6NM. Este aço consegue unir vantagens como boa soldabilidade, resistência e dureza, além de se destacar por apresentar em sua composição química um baixo teor máximo de carbono, no caso 0,06% C, em peso [3].

2. Procedimento experimental

O aço inoxidável martensítico CA-6NM na condição de temperado e revenido foi submetido ao tratamento de nitretação por plasma à baixa temperatura no campo da austenita metaestável. A Fig.1 ilustra todas as etapas que constituem esse método inovativo. Para tal, o material passou por etapas de austenitização à $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, usando-se 9 Torr, com mistura gasosa de 80% Ar + 20% H_2 por um período de 45 min, resfriamento e nitretação a $350\text{ }^{\circ}\text{C}$, na pressão de 3Torr, com mistura gasosa de 60% N_2 + 20% Ar + 20% H_2 durante 8h. Todas as etapas foram realizadas em ambiente de plasma e fluxo gasoso de 300 sccm. Apenas após a nitretação, durante o resfriamento, o material ultrapassou o início da temperatura de transformação martensítica, da liga estudada. Após o tratamento a amostra foi submetida a difratometria de raios-X (DRX) com auxílio do equipamento XRD7000, com radiação Cu-K α , e ensaio de microscopia ótica (MO) com equipamento Olympus BX51M.

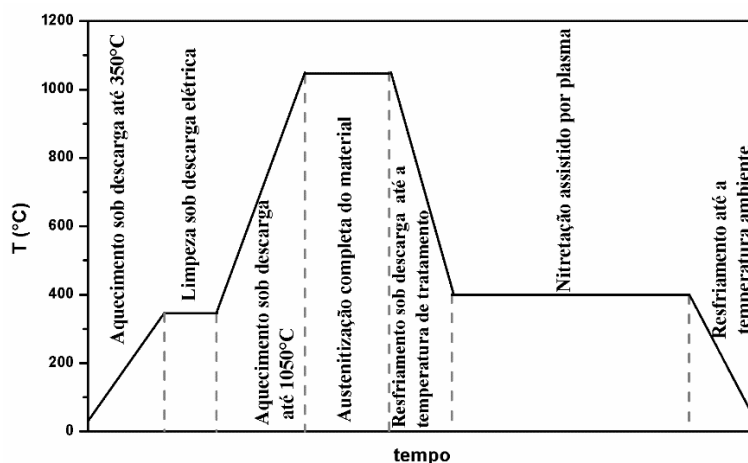


Figura 1. Ilustração das etapas para o tratamento de nitretação por plasma no campo da austenita metaestável do CA-6NM.

* Autor correspondente. E-mail: tarcianadieb@gmail.com



3. Resultados e discussão

As Figuras 2 e 3, apresentam padrões de difração de raios-X e microestrutura da seção transversal, respectivamente, da amostra nitretada por plasma a 350°C por 8 horas. O DRX mostra para a amostra não-nitretada as fases identificadas como sendo a austenita (JCPDS 00-33-397) e martensita (JCPDS 00-34-396). Já para amostra nitretada, há presença de nitreto de ferro, ϵ -Fe₃N (JCPDS 00-049-1663) e presença de austenita expandida por nitrogênio (γ_N). É facilmente observado na Fig.2 que os picos dos ângulos de 43,58° e 50,78° da fase austenítica deslocam-se consideravelmente para ângulos menores, o que caracteriza a formação de γ_N . A literatura sugere que esta camada dupla de austenita expandida pelo nitrogênio (γ_N) possui teor de nitrogênio diferente. Na porção mais externa da camada o teor de N seria entre 26 e 20% e está identificada na Fig.2 como γ_{N1} e para a porção mais interna o teor de N estaria entre 10 e 4% identificada no DRX como γ_{N2} . [4]. A fase se expande devido a supersaturação da camada pelo intersticial N no reticulado cristalino do material através de sua difusão [1]. A partir da observação da micrografia (Fig. 3) nota-se a presença de uma fina camada formada devido ao tratamento de nitretação e o núcleo do substrato martensítico. A camada tratada tem valor médio de espessura de 1,7 (com desvio padrão de + 0,3) μm . De acordo com os dados obtidos por meio destas duas análises (DRX e MO) há indícios que houve formação de dupla camada austenítica.

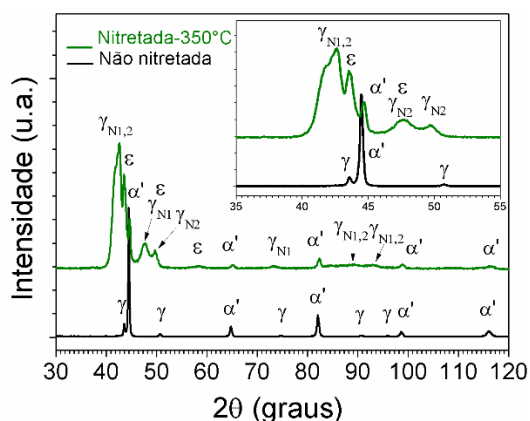


Figura 2. Padrões de DRX para amostras nitretada por plasma a 350°C por 8 horas e não-nitretada.

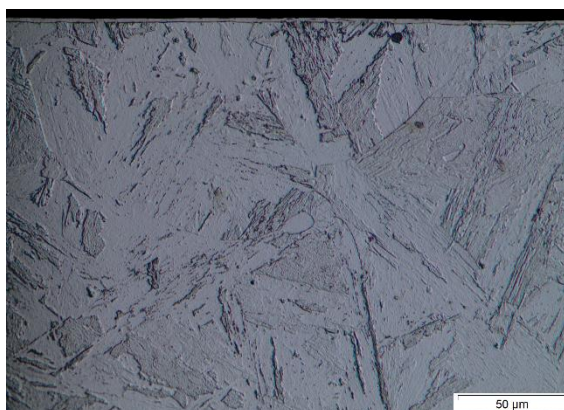


Figura 3. Micrografia da seção transversal da amostra nitretada a 350°C por 8h.

4. Conclusões

A partir dos resultados obtidos nesta pesquisa, conclui-se que o método de nitretação proposto, promove formação de camada expandida por nitrogênio em substrato martensítico.

5. Referências

- [1] H.Dong. International Materials Reviews, v. 55, pp. 65-98(2010).
- [2] L.A.Espitia, L.Varela, C. E.Pinedo, A. P. Tschiptschin. Wear 301 449–456 (2013).
- [3] J.D. Crawford, Paper presented at the 29th Annual Steel Founders' Society of America. Technical and Operating Conference. (1974).
- [4] J. Baranowska, S. E. Franklin & C. G. N. Pelletier. Wear, 259(1-6), 432-438. (2005)

Agradecimentos

Este trabalho teve apoio do CNPq, CAPES, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PGMec/UFPR), Laboratório de Óptica de Raios-X e Instrumentação (LORXI).



Determinação da carga crítica em ensaio de riscamento linear da liga Inconel 718 tratada superficialmente assistido por plasma

Yukyhiro I. Oikava^{1*}, Giuseppe Pintaúde², Hanshan Dong³, Xiaoying Li⁴

^{1,2} Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 81280-340, Curitiba, Paraná, Brasil

^{3,4} University of Birmingham, 81280-340, B15 2TT, Birmingham, United Kingdom

1. Introdução

As superligas à base de níquel, como Inconel 718, na indústria de petróleo e gás são amplamente utilizadas para atender aos requisitos de projeto técnico devido às condições de aplicação. Mesmo com excelente resistência mecânica, fadiga e corrosão a liga de Inconel 718 limita a sua aplicação devido à baixa dureza, à baixa resistência ao desgaste e ao alto coeficiente de atrito [1]. Uma alternativa para que este problema pode ser resolvido é através do processo de nitretação assistido por plasma [2]. O presente estudo determinou a carga crítica em ensaio de riscamento com carga variável de 2N a 8N da liga Inconel 718 tratada termoquimicamente pela técnica nitretação a plasma em gaiola catódica (ASPN).

2. Procedimento experimental

A Tabela 1 apresenta a composição química do Inconel 718 submetida ao processo de nitretação em gaiola catódica (ASPN). Antes do processo de nitretação, as amostras foram usinadas para as dimensões de 34 mm x 27 mm e espessura de 7 mm. As superfícies foram lixadas para alcançar rugosidade equivalente à lixa grana #1200. O processo de nitretação foi realizado pelo grupo de pesquisa Surface Engineering da University of Birmingham no Reino Unido com os seguintes parâmetros: temperatura de 400 ° C por 20h com mistura gasosa de 75% de nitrogênio e 25% de hidrogênio.

Tabela 1. Composição Química do Inconel 718.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu	Ti	Nb	Co	B
0.015	0.06	0.07	0.08	0.0006	18.62	2.88	53.5	0.52	0.08	1.02	4.99	0.18	0.00120

Através do microdurômetro marca Mitutoyo modelo HM-200 Series foi realizado o ensaio de microdureza Vickers utilizando 3 medições de topo com carga de 0,05 N. Para a análise topográfica dos corpos-de-prova foi utilizado o equipamento Talysurf CCI Lite Non-contact 3D Profilometer marca Taylor Hobson, de resolução vertical 0,01nm (0,1°A). Os ensaios de riscamento foram realizados nos corpos-de-prova com e sem tratamento através do tribômetro UMT Multi-Specimen Test System, CETR, utilizando célula de carga CETR, modelo DFH-1 de 0,1 a 10N, com 0,5mN de resolução, com carga máxima aplicada de 8N, referente a 80% do valor de fundo de escala da célula de carga. O indentador utilizado foi de diamante tipo Rockwell C (cone de diamante com 120°) com um raio de 0,2mm; sem lubrificação deslizando a uma velocidade de 0,17mm / min com uma carga normal inicial de 2N ao longo da trilha de 5mm até atingir gradualmente a carga máxima de 8N. Com o microscópio ótico foi possível analisar a superfície após ensaios de riscamento, avaliando a posição e, consequentemente, sabendo-se a taxa de carregamento, determinar a carga crítica para superfície nitretada. A determinação das morfologias após o riscamento foram igualmente determinadas em interferometria óptica.

3. Resultados e discussão

A Tabela 2 apresenta os resultados das medições de rugosidade e dureza das amostras antes e após nitretação. Durante os ensaios de riscamento na região próxima de 3mm a superfície

* Autor correspondente. E-mail: yoikava@gmail.com



nitretada apresentou trincas, caracterizando o início da falha da camada, conforme Figura 1. Esta distância representa o valor de aproximadamente 5 N, conforme Tabela 3, correspondendo a carga máxima ou carga crítica a ser aplicada neste revestimento com espessura de 6,5µm.

Tabela 2. Resultados da dureza e rugosidade antes e depois da nitretação.

Corpo-de-prova	Sq (µm)	Dureza Vickers (HV _{0.050})
Inconel 718	0,081 ± 0.007	530 ± 10
ASPN	0,153 ± 0.004	1200 ± 100

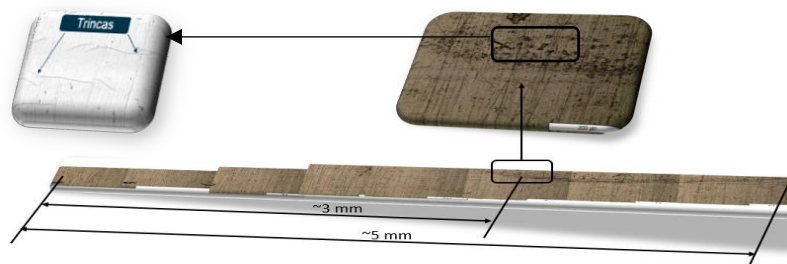


Figura 1. Trilha após ensaio de riscamento para determinação da carga crítica da camada nitretada

Tabela 3. Carga para rompimento da camada nitretada.

Trilha [mm]	1	2	3	4	5
Carga [N]	2.6	3.2	4.8	6.4	8

Baseado no modelo apresentado em [3], foi calculado o fator de abrasão (*fab*) para cada amostra (Tabela 4). A amostra nitretada apresentou menor *fab* na região à 0,05 mm a partir do início do risco, indicando tendência a maior formação de bordas (*pile-up*). A amostra não-tratada apresentou maior *fab*, ou seja, houve maior tendência ao mecanismo de corte ser mais efetivo na ausência do tratamento termoquímico. Desta forma, o coeficiente de atrito foi suavemente maior para a amostra nitretada, considerando a existência de bordas deformadas durante o ensaio para esta amostra.

Tabela 4. Fator de abrasão (*Fab*) determinado a 0,05 mm do início do risco e coeficiente de atrito (COF) médio durante o ensaio de riscamento linear.

Corpo-de-prova	Fab (início da trilha)	COF
Inconel 718	0,76	0,064
ASPN	0,60	0,088

4. Conclusões

Através do ensaio de riscamento linear com carga variável foi possível determinar a carga máxima de 5N, correspondente ao início da falha na superfície tratada. O tratamento de nitretação promoveu um aumento na resistência à abrasão do substrato de Inconel 718.

5. Referências

- [1] E. Akca, A. Gursel, Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based INCONEL Superalloy. Periodicals of Engineering and Natural Sciences, Vol. 3 No. 1, 2015
- [2] Y. Jing, J. Wang & G. Tan, X. Ji, F. Hongyuan, Phase transformations during low temperature nitrided Inconel 718 superalloy. ISIJ International, v. 56, n. 6, p. 1076-1082, 2016.
- [3] G. ZUM, Microstructure and Wear of Materials – Tribology Series v. 10, Elsevier, Amsterdam, 1987.